

M. DAUDIN Jean-Dominique, Directeur de Recherche, INRA, Theix	Président
M. GROS Jean Bernard, Professeur, Université de Clermont-Ferrand	Rapporteur
M. ROQUES Michel, Professeur, ENS-GTI, Pau	Rapporteur
M. BOHUON Philippe, Maître de Conférences, ENSIA, Montpellier	Examineur
M. TRYSTRAM Gilles, Professeur, ENSIA, Massy	Examineur
M. FARGEAS Eric, Ingénieur de recherche, ITAVI, Montpellier	Invité

A la mémoire de mon père

*Le douteur est le vrai savant :
il ne doute que de lui-même et
de ses interprétations ; mais il
croit à la science.*

Claude Bernard

AVANT-PROPOS

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche portant sur l'amélioration des procédés de salaison appliqués à la valorisation de la viande de volaille, de dinde en particulier. Initiée par le CIRAD et l'ITAVI, cette étude fait l'objet d'une convention CIFRE. Les travaux, effectués sur le site du CIRAD à Montpellier, ont été financés par les deux parties. L'ITAVI a financé le contrat CIFRE avec l'ANRT et le CIRAD a assuré le fonctionnement du projet.

Certaines parties de ce travail ont donné lieu à des publications, qui sont référencées en annexe 11.

Je voudrais remercier ici toutes les personnes ayant contribué à la réalisation et au bon déroulement de ce travail.

Ce projet n'a vu le jour que grâce à l'implication et à la persévérance d'Antoine Collignan (Chercheur au CIRAD), de Gérard Matheron (Président du centre du CIRAD de Montpellier et Président du Conseil Scientifique de l'ITAVI), de Jean-Pierre Darvogne (Ancien Directeur de l'ITAVI) et de Philippe Le Loup (Directeur actuel de l'ITAVI). Je suis conscient de ce que je vous dois et vous remercie encore tous les quatre de la confiance que vous m'avez témoignée.

J'exprime toute ma gratitude à Gilles Trystram, Professeur à l'ENSIA de Massy, pour avoir assuré la direction scientifique de ce travail. Sa disponibilité, son recul et son expérience ont permis de donner à ce travail plus de rigueur.

J'ai bénéficié de l'encadrement commun de Philippe Bohuon, Maître de Conférences à l'ENSIA-SIARC à Montpellier et Chercheur associé au CIRAD, et d'Antoine Collignan, Chercheur au CIRAD. Leurs conseils, leurs compétences, leur disponibilité ainsi que leurs approches très complémentaires ont permis d'orienter au mieux ce travail. Dans les périodes de doute, en particulier lorsque des contraintes financières nous ont conduit à réorienter complètement les travaux, ils ont su me rassurer et me soutenir.

J'ai été accueilli au sein de l'équipe GPE du Programme Agro-Alimentaire (PAA) du CIRAD-AMIS. Je remercie donc Anne-Lucie Wack, responsable du PAA, et à Jean-Michel Méot, responsable de l'équipe GPE. J'exprime également à Jean-Michel Méot toute ma reconnaissance pour le temps qu'il a consacré à la relecture et à la critique de ce document.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Michel Roques, Professeur à l'ENS-GTI de Pau, et à Jean-Bernard Gros, de l'Université de Clermont-Ferrand, pour avoir accepté de juger ma thèse en tant que rapporteurs.

Je remercie Gérard Matheron, Directeur de Recherche INRA, Président du Centre du CIRAD de Montpellier et Président du Conseil Scientifique de l'ITAVI, Jean-Dominique Daudin, Directeur de Recherches à l'INRA de Theix, et Philippe Bohuon, Maître de Conférences à l'ENSIA-SIARC à Montpellier et Chercheur associé au CIRAD, qui ont accepté de lire et juger ce mémoire et de participer en tant qu'examineurs au jury de cette thèse.

Je tiens à remercier les étudiants qui se sont initiés à la recherche à l'occasion de leurs stages. Ils ont beaucoup contribué à la qualité de ce travail. Que Virginie Collaro (IUP Génie Mécanique et Productique, Université Montpellier II), Christophe Coddet (ISTAB), Lahcène Guedider (ISTAB) et Nidal Saber (ENSA.M) soient donc assurés de toute ma reconnaissance.

Je remercie chaleureusement tous mes collègues du CIRAD, qui m'ont apporté aide et soutien, en particulier Alain Bergeret, Jacques Brouat, Philippe Delaire, Daniel Dijoux, Jean-Claude Dumas, Jean-Paul Fleuriot, Philippe Gallet, Olivier Gibert, Thierry Goli, Denis Gounelle, Florence Jeanjean, Marie-Dominique Lafond, Marie-Christine Lahon, Alain Liennard, Nadine Lopez, Claude Marouzé, Georges Piombo, Michel Rivier, Esther Saadoun et Patrice Thauay et Gilles Vaitilingom. Ce fut un plaisir de travailler dans une équipe aussi sympathique.

J'ai eu la chance de bénéficier de l'aide et de conseils de nombreux collègues issus d'autres institutions, en particulier Christian Aymard (CNRS), Monique Belgome (ENSIA), Marc Danzart (ENSIA), Lynis Dohm (East Carolina University School of Medicine), Jean François Hocquette (INRA Theix), Nathalie Jehl (ITAVI), André Lebert (INRA Theix), Dominique Meynial-Denis (INRA Theix), Gabriel Monin (INRA Theix), Claire Mouquet (IRD), Yves Nys (INRA Nouzilly), Hervé Remignon (ENSAT), Mohamed Taouis (INRA Nouzilly) et Jean Vasseur (ENSIA). Je vous remercie tous de m'avoir consacré un peu de votre temps et beaucoup de votre compétence.

Je réserve bien entendu une petite pensée complice et reconnaissante à ma consœur Isabelle Poligné et à mon confrère Olivier Vitrac, tous deux thésards au PAA. Vous avez été plus souvent des compagnons de fortune que des compagnons d'infortune.

Enfin, je remercie affectueusement ma famille et mes amis, qui m'ont soutenu et encouragé pendant ce travail, et plus particulièrement ma mère, Jeanine Deumier, et ma grand-tante, Paule Dumichel.

RESUME

L'application du procédé de Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) dans des solutions ternaires (eau, NaCl, sirop de glucose) à basse température a été proposée pour la transformation de la viande de dinde. La connaissance des propriétés des solutions utilisées conjuguée à celle des transports de matière entre le produit et la solution ont permis de dégager un domaine d'applications rationnelles du procédé de DII à la viande de dinde, en fonction des caractéristiques finales du produit transformé souhaité.

Afin de s'affranchir en partie de la lenteur des mécanismes diffusifs qui régissent les transports de matière en DII et également d'élargir la gamme potentielle des produits pouvant être obtenus par immersion de viande de volaille dans des solutions concentrées, le procédé d'Immersion sous Vide Pulsé dans une solution saturée en sel a été proposé. Il s'agit d'immerger le produit dans une solution et de le soumettre à un traitement alternant des phases sous pression résiduelle et des phases à pression atmosphérique. L'IVP a pour effet une forte augmentation du gain en sel et une diminution de la perte en eau, ce qui a pour conséquence une augmentation du rendement massique. Les principales variables de commande de ce procédé ont été identifiées et leurs effets sur les transports de matière ont été quantifiés. Cette étude a montré l'importance de la structure de la viande et de la présence de gaz occlus et/ou dissous dans la viande. Les essais conduits sur viande et sur gels modèles ont permis de proposer un modèle de représentation des phénomènes intervenant dans les transports de matière en IVP. Ainsi, le traitement sous vide permet-il de dégazer les pores de la viande et la remise à pression atmosphérique se traduit par une infiltration de solution dans ces pores, les gaz encore présents dans ces pores étant alors comprimés. Cette infiltration se traduit également par une augmentation de la surface d'échanges entre la viande et la solution. Cependant, la solution infiltrée est très rapidement diluée et cette dilution diminue notablement, voire inverse, les transports d'eau.

Enfin, le séquençage des opérations de DII et/ou d'IVP a été proposé pour obtenir plus rapidement certains produits et pour formuler d'autres produits, impossibles à obtenir par DII dans des conditions satisfaisantes.

Mots-clés : transport de matière, diffusion, infiltration, vide pulsé, structure, gaz, immersion, salage, déshydratation osmotique, viande, dinde, aliment modèle, viscosité dynamique, masse volumique, activité de l'eau, solutions ternaires, NaCl, sirop de glucose.

ABSTRACT

The application of the Dehydration-Impregnation by Soaking (DIS) process in ternary solutions (water, NaCl, glucose syrup) at low temperature was proposed for the transformation of turkey meat. The knowledge of the properties of the solutions used combined with that of mass transport between the product and the solution made it possible to release a rational applicability of the DIS process for turkey meat, according to the final characteristics of the desired processed product.

In order to free itself partly from the slowness of the diffusive mechanisms which govern mass transport during the DIS process and also to widen the potential range of the products being able to be obtained by poultry meat immersion in concentrated solutions, the Pulsed Vacuum Soaking (PVS) process in a salt-saturated solution was proposed. It consists of immersing the product in a solution and of subjecting it to a treatment alternating phases under residual pressure and phases at atmospheric pressure. PVS causes a strong increase of salt gain and a reduction in water loss, which has as a consequence an increase in the global mass yield. The principal variables of this process were identified and their effects on mass transport were quantified. This study showed the importance of the structure of the meat and the presence of occluded and/or dissolved gas in the meat. The tests carried out on meat and model gel made it possible to propose a model of representation of the phenomena intervening in mass transport during the PVS process. Thus, the vacuum treatment makes it possible to degas the pores of the meat and the atmospheric pressure restoration results in an infiltration of solution in these pores, the gases still present in these pores being then compressed. This infiltration also results in an increase in the heat-transferring surface between the meat and the solution. However, the infiltrated solution is very quickly diluted and this dilution decreases notably, even opposite, water transport.

Finally, DIS and/or PVS operations sequencing was proposed to obtain certain products more quickly and to formulate other products, impossible to obtain by DII under satisfactory conditions.

Keywords: mass transport, diffusion, infiltration, pulsed vacuum, structure, gas, soaking, salting, osmotic dehydration, meat, turkey, model gel, dynamic viscosity, density, water activity, ternary solutions, NaCl, glucose syrup.

FORMULATION ET DESHYDRATATION DE VIANDE DE VOLAILLE PAR IMMERSION

ETUDE DES TRANSFERTS DE MATIERES A PRESSION ATMOSPHERIQUE ET SOUS VIDE

AVANT-PROPOS	4
RESUME	6
NOMENCLATURE	12
INTRODUCTION	14
Partie I - ETAT DE L'ART ET OBJECTIFS DE L'ETUDE	17
ETAT DE L'ART	18
I.1. La viande de volaille et son utilisation en salaison	18
I.1.1. La viande de volaille, matière première	18
Structure	18
Composition	20
Microbiologie	22
I.1.2. Les produits de salaison de viande de volaille	23
Principaux produits de salaison de viande de volaille	23
Contexte et marchés des produits de salaison de volaille	24
I.2. Les procédés de fabrication des produits de salaison	28
I.2.1. Les procédés actuels de salaison	29
I.2.1.1. Les propriétés des principaux agents de salaison	29
I.2.1.2. Les technologies actuelles mises en œuvre pour la formulation de produits d'origine animale	31
I.2.2. Les procédés actuels de séchage et leurs limites	36
I.2.3. La DII appliquée aux produits carnés	37
I.2.3.1. Principe et applications	37
I.2.3.2. Principales variables de contrôle	38
I.2.3.3. Contrôle-commande du procédé	42
I.2.3.4. Gestion des solutions concentrées	42
I.3. Les méthodes permettant d'accélérer les transports de matière	43
I.3.1. Le malaxage	43
I.3.2. L'utilisation de l'électricité	44
I.3.3. Utilisation des hautes pressions	44
I.3.4. Les traitements sous vide	45
Effet du vide sur la perte en eau	46
Effet sur le gain en solutés	47
Influence de la déformabilité du produit	49
Utilisation du vide pulsé	50
Bilan des mécanismes de transport	50
OBJECTIFS DE L'ETUDE	53
Partie II - FAITS EXPERIMENTAUX	55
CHAPITRE 1 - MATERIELS ET METHODES	56
II.1.1. Préparation des matières premières	56
II.1.1.1. La viande de dinde	56
II.1.1.1.1. Caractéristiques	56
II.1.1.1.2. Découpe	56
II.1.1.2. Les gels modèles	56
II.1.1.3. Les solutions	57
II.1.2. Dispositifs expérimentaux	57
II.1.2.1. Traitement à pression atmosphérique	57
II.1.2.2. Traitements sous vide	58

II.1.2.2.1. Principe d'un cycle de vide	58
II.1.2.2.2. Dispositif de laboratoire	59
II.1.2.2.3. Dispositif pilote	59
II.1.3. Protocoles expérimentaux	60
II.1.4. Méthodes de mesure	60
II.1.4.1. Profil de concentration en eau et en sel	60
II.1.4.2. Appréciation de la quantité de liquide transporté dans la viande	61
II.1.4.3. Analyses chimiques sur la viande	62
II.1.4.3.1. Teneur en eau	62
II.1.4.3.2. Teneur en sel	62
II.1.4.3.3. Teneur en sucres	62
II.1.4.3.4. Evaluation du volume et de la composition des gaz émis par la viande	63
II.1.4.4. Mesures physiques sur la viande	63
II.1.4.4.1. Masse volumique apparente	63
II.1.4.4.2. Mesure de porosité apparente de la viande	63
II.1.4.5. Mesures des propriétés physico-chimiques des solutions	64
II.1.4.5.1. Activité de l'eau	64
II.1.4.5.2. Masse volumique	64
II.1.4.5.3. Viscosité dynamique	64
II.1.5. Expression et analyse des résultats	65
II.1.5.1. Les transferts de matière	65
II.1.5.2. Calcul de la quantité de liquide transporté dans la viande	65
II.1.5.3. Modèles empiriques des propriétés des solutions	66
II.1.5.4.1. Masse volumique	66
II.1.5.4.2. Viscosité dynamique	67
II.1.5.4.3. Activité de l'eau	67
II.1.5.4.4. Méthodologie	67
II.1.5.4. Modélisations des transferts de matière	68
II.1.5.5. Modélisation et comparaison des profils de concentration	69
II.1.5.6. Estimation de la surface spécifique d'échange en IVP	69
II.1.6. Méthodologies statistiques	70
II.1.6.1. Comparaison statistiques de cinétiques	70
II.1.6.2. Méthodologie des plans d'expériences	70
II.1.6.2.1. Choix du plan	70
II.1.6.2.2. Méthodologie statistique associée à l'analyse du plan	71
II.1.6.2.3. Validation et optimisation du plan	71
CHAPITRE 2 - RESULTATS	74
II.2.1. Caractérisation physico-chimique des solutions ternaires	74
II.2.1.1. Masse volumique	74
II.2.1.2. Viscosité dynamique	75
II.2.1.3. Activité de l'eau	76
II.2.2. Etude et optimisation du salage/séchage de viande de volaille par DII en solution ternaire à pression atmosphérique	78
II.2.2.1. Essais cinétiques préliminaires	78
II.2.2.2. Effets des principales variables du procédé sur les transferts de matière	80
II.2.2.2.1. Effet sur la perte en eau	81
II.2.2.2.2. Effet sur le gain en sel	81
II.2.2.2.3. Effet sur le gain en sucres	83
II.2.2.2.4. Effets sur les gains en 1G , 2G , 3G , 4G , 5G et 6G	83
II.2.2.2.5. Effet de C_{st} et de C_{su} sur la répartition des sucres transportés dans le produit	83
II.2.2.3. Optimisation du procédé et validation du plan	85
II.2.3. Etude des transports de matière en IVP appliquée à la viande de dinde	87
II.2.3.1. Essais préliminaires d'immersion sous vide stationnaire	87
II.2.3.2. Mise en évidence des principaux effets de l'IVP sur la viande	88
II.2.3.2.1. Sur le rendement massique	88
II.2.3.2.2. Sur le gain en soluté	88
II.2.3.2.3. Sur la perte en eau	89
II.2.3.2.4. Sur les transferts de matière après 120 heures de traitement	90
II.2.3.3. Mise en évidence des phénomènes hydrodynamiques en IVP	90
II.2.3.3.1. Essais d'IVP en solution faiblement concentrée	90

II.2.3.3.2. Etudes cinétiques	91
II.2.3.3.3. Etudes par profils de concentration	92
II.2.3.3.4. Estimation de la surface spécifique d'échange des produits traités en IVP	95
II.2.3.4. Etude des variables du procédé	96
II.2.3.4.1. Effet de la différence de pression	96
II.2.3.4.2. Effet de la température	97
II.2.3.4.3. Effet du couple pression/température	98
II.2.3.4.4. Le nombre de cycles	99
II.2.3.4.5. Effets du rapport cyclique	101
II.2.3.4.6. Effet d'un traitement par IVP sans phases stationnaires	104
II.2.3.5. Mise en évidence des voies de pénétration de la solution dans la viande	104
II.2.3.5.1. Tentative d'évaluation de la fraction volumique de gaz emprisonnés dans la viande	104
II.2.3.5.2. Effet de la présence d'epimysium sur le comportement de la viande en IVP	104
II.2.3.5.3. Essais d'IVP en solution colorée	106
II.2.3.5.4. Relations entre DC et transferts de matière	108
II.2.3.5.5. Essais d'IVP sur une structure non poreuse	110
II.2.3.6. Mise en évidence du rôle moteur des gaz occlus/dissous du produit	112
II.2.3.6.1. Effet d'un dégazage préalable de la viande sur son comportement en IVP	112
II.2.3.6.2. Essais sur gels transpercés	113
II.2.3.6.3. Analyses des gaz	116
Partie III - DISCUSSION	117
III.1. La déshydratation-imprégnation par immersion en solution ternaire à pression atmosphérique	118
III.1.1. Le gain en sel	118
III.1.2. La perte en eau	119
III.1.3. Le gain en sucres	120
III.2. L'immersion sous vide pulsé	123
III.2.1. Effets principaux et positionnement du problème	123
III.2.2. La structure de la viande et ses conséquences sur les transferts de matière en immersion sous vide pulsé	123
III.2.3. Présence et influence des gaz dans la viande et voies d'infiltration de la solution	125
III.2.4. Approche dynamique des mécanismes	126
III.2.4.1. Infiltration de la solution dans les pores du produit	126
III.2.4.2. Contribution du phénomène de dilution de la solution infiltrée	127
III.2.5. Proposition d'un modèle de représentation	130
III.3. Domaines d'application et limites des procédés de déshydratation-imprégnation par immersion en solution ternaire à pression atmosphérique et d'immersion sous vide pulsé	135
III.3.1. Les limites physiques du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion pour le salage et le séchage simultanés de produits carnés	135
III.3.2. Influence des propriétés des solutions sur la conduite du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion	137
III.3.3. Intérêts du procédé d'immersion sous vide pulsé	141
III.3.4. Le séquençage des opérations pour développer les potentialités de la déshydratation-imprégnation par immersion et de l'immersion sous vide pulsé	142
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	146
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	150
ANNEXES	177
Annexe 1. Synthèse des principaux résultats de la littérature en IVP	178
Annexe 2. Matrice des valeurs codées et expérimentales du plan d'expérience de DII	180
Annexe 3. Application du modèle linéaire généralisé à l'estimation des coefficients du plan d'expérience et au calcul d'intervalles de prédictions	181
Annexe 4. Masses volumiques expérimentales des solutions eau-NaCl-DE21	182
Annexe 5. Viscosités relatives expérimentales des solutions eau-NaCl-DE21	183
Annexe 6. Activités de l'eau expérimentales des solutions eau-NaCl-DE21	184

Annexe 7. Résultats du plan d'expériences	185
Annexe 8. Application technique - Méthode de réajustement	186
Annexe 9. Détermination du temps nécessaire pour que la solution concentrée présente dans un pore cylindrique atteigne un niveau dilution donné	188
<u>Annexe 9.1. Aspects théoriques</u>	<u>188</u>
<u>Annexe 9.2. Application aux données</u>	<u>189</u>
Annexe 10. Action des principaux agents de salaison sur l'activité des enzymes protéolytiques et lipolytiques des muscles	190
Annexe 11. Publications relatives aux procédés d'immersion de produits carnés	191
<u>Pendant la thèse</u>	<u>191</u>

NOMENCLATURE

Paramètres et réponses

A_w	Activité de l'eau
DC	Densité de Coloration (%)
G_i	Teneur en oligosaccharide composé de i unités glucose (kg/100 kg)
iG	Oligosaccharide composé de i unités glucose
GGi	Gain en oligosaccharide composé de i unités glucose (kg/100 kg m.i.)
GSt	Gain en sel (kg/100 kg m.i.)
GSu	Gain en sucres total (kg/100 kg m.i.)
M	Masse (kg)
m.i.	Relatif à la masse de matière initiale
P	Pression (Pa)
P_c	Pression capillaire (Pa)
$P_e(T)$	Pression d'ébullition de l'eau à la température T
P_i	Pression interne des gaz occlus (Pa)
P_v	Pression après mise sous vide (Pa)
PE	Perte en eau (kg/100 kg m.i.)
R^2	Coefficient de corrélation de régression
RC	Rapport cyclique
St	Teneur en sel (kg/100 kg)
Su	Teneur en sucres totale (kg/100 kg)
t	Temps (h)
T	Température (°C)
UFC	Unités Formant Colonies
V	Volume (m ³)
W	Teneur en eau (kg/100 kg)
X	Fraction volumique du produit occupée par la solution
x_v	Fraction volumique d'un pore occupée par la solution
ΔM	Variation de masse (kg/100 kg m.i.)
ε	Porosité apparente du produit (m ³ /m ³)
γ	Déformation relative du produit (m ³ /m ³)
η	Viscosité dynamique (Pa.s)
ρ	Masse volumique apparente (kg/m ³)

Indices

0	Indice relatif à l'instant initial
e	Indice relatif aux conditions d'équilibre
g	Indice relatif aux gaz occlus
p	Indice relatif au produit traité
s	Indice relatif à la solution
t	Indice relatif à l'instant t
w	Indice relatif à l'eau

Abréviations techniques

DID	Déshydratation - Imprégnation par Douchage
DII	Déshydratation - Imprégnation par Immersion
ESB	Encéphalopathie Spongiforme Bovine
ERM	Ecart Relatif Moyen
GDL	Glucono Delta Lactone
HACCP	Hazard Analysis Critical Control Points
IPA	Immersion à Pression Atmosphérique
IV	Immersion sous Vide
IVP	Immersion sous Vide Pulsé
IVPe	Immersion sous Vide Pulsé en conditions d'ébullition
IVPl	Immersion sous Vide Pulsé avec rampes lentes
IVPr	Immersion sous Vide Pulsé avec rampes rapides
IVPsp	Immersion sous Vide Pulsé Sans Phases Stationnaires
MHD	Mécanismes HydroDynamiques
Patm	Pression ATMosphérique
PED	Pays En Développement

Abréviations institutionnelles

AMIS	Amélioration des Méthodes pour l'Innovation Scientifique
ANRT	Association Nationale de la Recherche Technique
CIFRE	Conventions Industrielles de Formation par la Recherche
CIRAD	Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement
CNRS	Centre Nationale de la Recherche Scientifique
ENSA.M	Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Montpellier
ENSAR	Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Rennes
ENSAT	Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Toulouse
ENS-GTI	Ecole Nationale Supérieure en Génie des Technologies Industrielles
ENSIA	Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires
GPE	Génie des Procédés et Equipements
INRA	Institut Nationale de la Recherche Agronomique
IRD	Institut de Recherche pour le Développement
ISTAB	Institut des Sciences et Techniques d'Alimentation de Bordeaux
ITAVI	Institut Technique de l'Aviculture
PAA	Programme Agro-Alimentaire
SIARC	Section des Industries Alimentaires pour Régions Chaudes

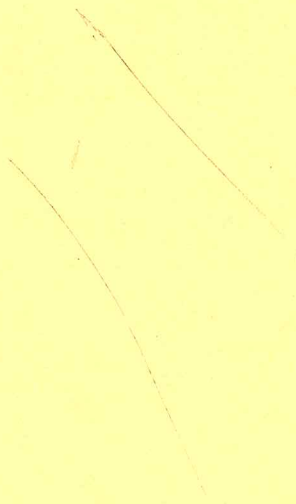
INTRODUCTION

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT IN CHARGE
OF THE BUREAU OF
THE INSULAR AFFAIRS

W. H. HARRIS

U. S. DEPT. OF THE INTERIOR



INTRODUCTION

En élevage, les meilleurs rendements de transformation de matières végétales en protéines sont obtenus pour la volaille et le porc. De plus, à la différence du porc, la volaille n'est pas touchée par des interdits alimentaires d'origine religieuse. Il est alors logique que la très grande majorité de l'accroissement de la disponibilité en protéines vienne des produits de la volaille dans les Pays du Sud. Néanmoins, la stabilisation de la viande de volaille dans les PED impose certaines contraintes. Notamment, le recours aux procédés de réfrigération et de congélation est limité dans ces pays. C'est pourquoi, le CIRAD travaille sur les procédés de stabilisation par séchage et formulation des produits, aussi bien à l'échelle artisanale qu'industrielle, les technologies mises en œuvre étant à la fois simples et robustes.

D'autre part, la viande de volaille dispose aujourd'hui d'une excellente image auprès des consommateurs des pays du Nord. Les industriels du secteur avicole proposent de plus en plus de produits de charcuterie à base de viande de volaille. Ce secteur développe des marges très importantes et génère une croissance particulièrement dynamique. Les transformateurs ont basé leurs innovations sur l'originalité des produits et l'excellente image de la viande de volaille, les procédés de salaison utilisés ayant été transférés de la filière porcine.

En salaison, les procédés de transformation des viandes font intervenir le plus souvent une étape de formulation en différents ingrédients (sel, nitrates, nitrites, phosphates, antioxydants, agents de texture et de saveur). Cette opération intervient aussi bien dans la fabrication de produits cuits (jambons de type York ou Prague) que dans celle de produits crus (jambons secs, saucissons, produits fumés à froids). Cette étape était réalisée traditionnellement par salage à sec ou par immersion du produit dans une saumure salée. Généralement, elle est suivie d'un (ou plusieurs) traitement(s) de stabilisation complémentaire(s), comme le séchage ou le fumage.

Toutefois, les phénomènes diffusifs qui permettent l'entrée des additifs dans le muscle, puis la répartition homogène de ces derniers dans l'ensemble du produit, sont lents. Aussi, d'autres procédés ont-ils été proposés, comme l'injection de saumure par voie artérielle ou directement dans le muscle. Ces méthodes permettent d'introduire le sel et tous les solutés présents dans la saumure directement dans le produit et d'accélérer leur diffusion interne. Développées essentiellement dans la fabrication de jambons cuits et de quelques produits transformés à froid, comme le saumon fumé, ces méthodes présentent certains inconvénients, en particulier microbiologiques, ce qui peut poser des problèmes de sécurité des aliments en salaison à froid.

Depuis plusieurs années, des travaux ont montré qu'on pouvait éviter le séquençage des opérations de salage et de séchage en appliquant un unique traitement d'immersion en solution ternaire eau-sel-sucre et ainsi limiter considérablement les temps de traitement. Les procédés, regroupés sous le terme générique de Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) en solution mixte, ont permis de proposer des alternatives technologiques à la filière halieutique pour la fabrication de filets de poisson salés-séchés.

L'application du vide stationnaire au salage a été utilisée pour accélérer le transport du sel. L'expansion des fibres musculaires lors de la mise sous vide serait responsable de l'accélération de l'imprégnation du produit. Ce phénomène a été baptisé «effet

poumon». Mais il reste relativement méconnu d'un point de vue scientifique et la conduite des procédés de salage sous vide de produits carnés reste très largement empirique.

La formulation sous vide pulsé a été récemment proposée pour le traitement de divers fruits. Il s'agit d'immerger des produits dans une solution sucrée concentrée en alternant des phases de traitement sous vide et des phases de traitement à pression atmosphérique. L'application d'un vide pulsé permet en effet «d'infiltrer» la solution sucrée d'immersion dans les pores du produit et de s'affranchir en partie de la lenteur des mécanismes de transports par diffusion. En revanche, peu de travaux mettant en jeu une immersion sous vide pulsé ont été réalisés en vue de formuler des produits carnés.

Dans le cas de procédés de formulation mettant en jeu des solutions contenant des molécules présentant de mauvaises propriétés diffusives et/ou des molécules nombreuses n'ayant pas toutes les mêmes propriétés diffusives, la diffusion, lente et/ou hétérogène des différents composés de la solution dans la viande, devient le principal facteur limitant de ce type de procédés. Aussi, l'infiltration contrôlée d'un volume de solution dans le muscle permettrait de proposer un nouveau procédé qui cumulerait les avantages de l'immersion et de l'injection.

Partie I

ETAT DE L'ART ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT IN CHARGE
OF THE BUREAU OF
THE INSULAR AFFAIRS

W. H. HARRIS

1901



Le premier volet de cette synthèse présente la viande de volaille en tant que matière première et son utilisation en salaison. La seconde partie fait le point sur les procédés actuels de formulation utilisés en salaison. Enfin, un troisième volet recense les différentes méthodes qui permettent d'accélérer les traitements de formulation. L'ensemble de ces réflexions nous amène à définir les objectifs du travail présenté dans la suite de ce mémoire.

ETAT DE L'ART

I.1. La viande de volaille et son utilisation en salaison

I.1.1. La viande de volaille, matière première

Structure

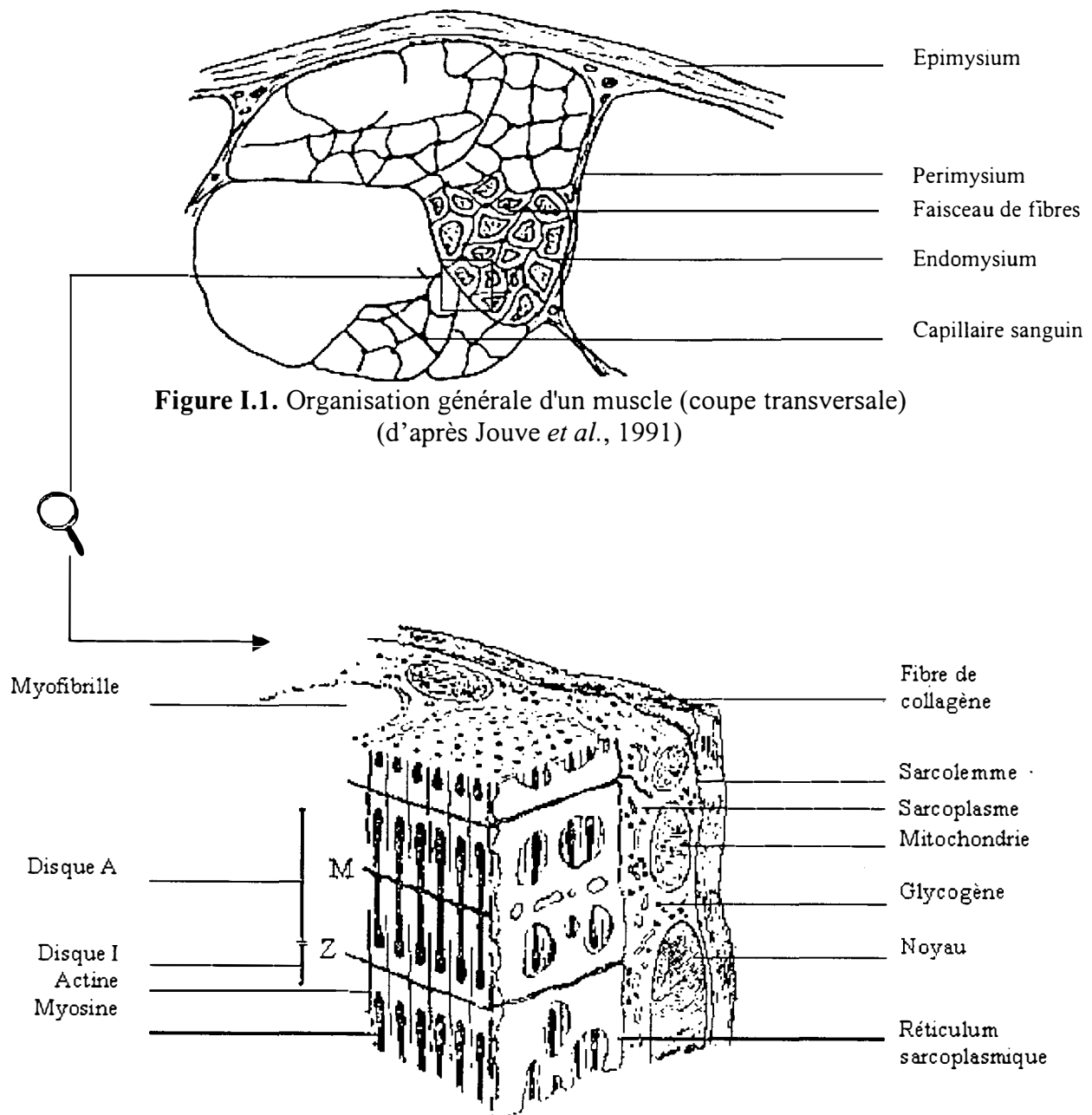
L'unité de base du tissu musculaire est la fibre musculaire, cellule plurinucléée de plusieurs centimètres de long et de 0,01 à 0,1 mm de diamètre. Outre un squelette cellulaire, cette cellule contient un appareil contractile constitué de filaments protéiques disposés parallèlement à l'axe de la cellule. Chaque cellule musculaire est délimitée par le sarcolemme, une triple membrane d'environ 75 nm d'épaisseur et composée majoritairement de phospholipides et de glycoprotéines.

Les figures I.1 et I.2 schématisent l'organisation structurale et cellulaire d'un muscle. Chaque muscle est constitué de nombreuses fibres musculaires (cellules élémentaires très spécialisées) regroupées en faisceaux et séparées les unes des autres par des enveloppes de tissus conjonctifs hiérarchisées (l'endomysium, le perimysium et l'epimysium) renfermant des vaisseaux et capillaires sanguins ainsi que des connections nerveuses vitales au fonctionnement du muscle chez l'animal vivant.

La stabilité structurelle apportée au muscle par le tissu conjonctif est directement déterminée par les propriétés de ces composants en particulier le collagène et, dans une plus faible mesure, l'élastine (Gault, 1992). Dans la plupart des tissus conjonctifs, ces macromolécules sont principalement sécrétées par les fibroblastes. L'ensemble de ces molécules baigne dans une substance amorphe appelée substance fondamentale riche en glycoprotéines et en protéoglycanes, qui forment un gel très hydraté. La phase aqueuse du gel polysaccharidique permet la diffusion des nutriments, des métabolites, et des hormones entre le sang et les cellules du tissu (biologie moléculaire de la cellule).

Le concept de porosité des muscles est délicat à définir. Cependant, il existe une porosité anatomique des muscles liée au réseau vasculaire. Ainsi, dans le cas du poulet, les muscles *Latissimus dorsi* antérieur et postérieur présentent une densité en capillaires de l'ordre de 550 à 700 capillaires par mm², ce qui se traduit par 1 à 1,5 capillaire par fibre musculaire (Gray *et al.*, 1983). Néanmoins, la densité des capillaires varie selon l'âge de l'animal, le muscle (Byers et Snyder, 1984), son métabolisme (Snyder, 1995) et l'espèce (Kurnoth *et al.*, 1994). D'autre part, Bruce *et al.* (1996) ont montré que la viande emballée sous atmosphère modifiée (CO₂) développait une porosité à la cuisson, surtout le long des fibres, entre les faisceaux, (Gill et Pensey, 1990) et plus précisément au niveau du perimysium (Bruce *et al.*, 1996), qui est la structure la plus fragile du muscle (Purslow, 1985). Notons enfin que la

structure myofibrillaire est mécaniquement endommagée lorsqu'elle est soumise à un traitement ultrasonique (Dolatowski, 1988), ce qui peut être attribué à des phénomènes de cavitation de gaz occlus. Enfin, la désorption de gaz dissous par traitement sous vide pourrait être à l'origine d'une porosité artificielle. En effet, Gros *et al.* (1996) ont montré et modélisé que l'oxygène et le dioxyde de carbone gazeux peuvent se dissoudre dans les liquides biologiques. Ainsi, l'oxygène gazeux pénètre très facilement dans la viande, au moins en se liant à la myoglobine. Après 12 heures d'exposition de viande à l'oxygène, on trouve de l'oxymyoglobine jusqu'à 1 cm de la surface du muscle (Kilic et Cassens, 1998).



Composition

La viande de volaille contient 73 à 78 % d'eau, 18 à 24 % de protéines, 0,5 à 7,5 % de lipides et environ 1 % de minéraux (tableau I.1).

Tableau I.1. Composition des filets, des muscles des cuisses et de la peau des principales viandes de volailles.

Volaille	Masse (g)	Composition (% m/m)			Rapport Collagène/ Protéines		
		Eau	Protéines	Lipides (%)			
<i>Poulet</i>							
Filet	184 ¹	74,0 ¹	23,5 ¹	1,5 ¹	1,0 ¹	1,5-2,5 ¹	
		74,2 ⁴	23,8 ⁴	0,89 ⁴	1,15 ⁴		
		74,2 ⁵	23,31 ⁵	1,63 ⁵	1,14 ⁵		
		75,2 ⁷	22,4 ⁷	1,5 ⁷			
		74,8 ⁹	23,1 ⁹	1,2 ⁹	1,0 ⁹		
Cuisse	nd	72,8 ⁴	18,32 ⁴	7,67 ⁴	1,02 ⁴	5-8 ¹	
		73,3 ⁷	19,0 ⁷	6,2 ⁷			
		75,8 ⁹	19,7 ⁹	3,9 ⁹	1,0 ⁹		
Peau	nd	35-40 ¹	9-12 ¹	45-50 ¹	0,4-0,6 ¹	47-56 ¹	
		54,2 ⁹	13,3 ⁹	32,4 ⁹	0,4 ⁹		
<i>Dinde</i>							
Filet	2071 ¹	74,0 ¹	21,5 ¹	1,5 ¹	1,1 ¹	1,5-2,5 ¹	
		73,47 ³	24,02 ³	0,32 ³	1,03 ³		
		74,4 ⁸		2,0 ⁸			
		74,12 ⁹	24,6 ⁹	0,65 ⁹	1,0 ⁹		
Cuisse	nd	72-74 ¹	20-22 ¹	4-6 ¹	0,8-1,2 ¹	4,5-7,5 ¹	
		75,5 ⁹		5,1 ⁹			
Peau	nd	34-44 ¹	9-13 ¹	45-60 ¹	0,4-0,6 ¹	47-66 ¹	
		47,8 ⁸		39,8 ⁸			
		49,6 ⁹	12,7 ⁹	36,9 ⁹	0,4 ⁹		
<i>Canard maigre</i>							
Filet	290 ¹					4-5 ¹	
	270,6 ²	77,8 ²	17,9 ²	2,5 ²	1,2 ²		
		77,6 ⁵	19,47 ⁵	2,34 ⁵	1,09 ⁵		
	201,6 ⁶			1,63 ⁶			
			76,17 ¹⁰	21,04 ¹⁰	1,72 ¹⁰		1,05 ¹⁰
			73-75 ¹	20-21 ¹	4,5-5,5 ¹		1,3-1,5 ¹
Cuisse	nd					16-17 ¹	
Peau	nd	19-24 ¹	5-8 ¹	70-75 ¹	0,4-0,7 ¹		
<i>Canard gavé</i>							
Magret	368 ¹						
	241,5 ²	75,3 ²	18,4 ²	4,7 ²	1,1 ²		
	223,9 ⁶			5,54 ⁶			

(nd) : absence de données ; (1) : Paquin, 1988 ; (2) : Auvergne, 1992 ; (3) : Ngoka *et al.*, 1982 ; (4) : Hamm *et al.*, 1980 ; (5) : Smith *et al.*, 1993 ; (6) : Girard *et al.*, 1993 ; (7) : Xiong *et al.*, 1993 ; (8) : Wong *et al.*, 1993 ; (9) : USDA, 1997 ; (10) : Salichon *et al.*, 1993

A l'exception du magret de canard gras, ces viandes contiennent peu de lipides. Les dépôts lipidiques sont localisés essentiellement dans la peau et au niveau de la cavité abdominale, l'engraissement se répercutant peu sur les dépôts gras intermusculaires (Ricard, 1984). Les teneurs en lipides plus importantes observées chez le canard gras sont la conséquence du gavage et de l'âge d'abattage plus élevé de ces animaux. Cependant, chez des animaux non gavés, Rabot *et al.* (1996) observent que la teneur en lipides des muscles de poulet diminue avec l'âge de l'animal abattu.

Globalement, les viandes rouges de volaille sont plus grasses que les viandes blanches. Néanmoins, les volailles de chair fournissent les viandes les moins grasses et les moins énergétiques (tableau I.2) de notre alimentation (Paquin, 1988). De plus, la matière lipidique issue de la volaille contient peu d'acides gras saturés (30,4 à 45,5 %) et une forte proportion d'acides gras poly-insaturés (16,4 à 31,1 %), par rapport aux autres graisses d'origine animale (Paquin, 1988). Enfin, la teneur en cholestérol des viandes de volaille, à l'exception du canard, est relativement faible (54 à 99 mg/100 g).

D'autre part, la proportion de collagène (tableau I.1), rapportée à l'ensemble des protéines de la viande de volaille, est relativement faible (1,5 à 8 pour le poulet et la dinde et 4-16 pour le canard). Or, le collagène, particulièrement pauvre en acides aminés essentiels comme le tryptophane et la lysine, diminue la qualité nutritionnelle et la tendreté de la viande. Aussi, l'origine myofibrillaire de la majorité des protéines de viande de volaille se traduit-elle par une relative tendreté, une bonne valeur nutritionnelle et une bonne digestibilité de ces produits (Paquin, 1988). Cependant, plus un poulet est âgé lors de son abattage, plus sa chair contient de collagène et plus sa tendreté diminue (Rabot *et al.*, 1996).

Tableau I.2. Composition en acides gras saturés (S), mono-insaturés (MI) et poly-insaturés (PI) et en cholestérol (C) de diverses viandes et graisses de volailles.

Volaille	Composition (% m/m)					Energie (kJ/g)
	Lipides	S	MI	PI	C (mg/100 g)	
Filet de poulet standard	1,44 ¹	36,9 ¹	35,3 ¹	27,2 ¹	47,41 ²	5,68 ²
	1,63 ²	40,6 ²	40,8 ²	17,6 ²	58 ⁷	4,60 ³
Filet de poulet «label»	1,23 ¹	37,4 ¹	31,7 ¹	30,9 ¹	nd	nd
Graisse de poulet	100	30,4 ⁴	46,9 ⁴	22,6 ⁴	109 ⁷	14,59 ⁷
Filet de canard maigre	1,63 ¹	32,8 ¹	36,1 ¹	31,1 ¹	99,11 ⁶	5,14 ²
	2,34 ²	45,5 ²	34,6 ²	17,0 ²	77 ⁷	5,52 ⁷
	1,72 ⁵	38,7 ⁵	30,8 ⁵	30,2 ⁵	65,7 ⁵	
Magret de canard gavage	5,54 ¹	33,5 ¹	50,2 ¹	16,4 ¹	nd	nd
Filet de dinde	2,0 ³	33,6 ³	35,1 ³	31,2 ³	54 ³	4,64 ⁷
					62 ⁷	
Cuisse de dinde	5,1 ³	32,9 ³	38,3 ³	28,9 ³	84 ³	4,51 ⁷
					84 ⁷	
Graisse de dinde	68,1 ³	30,4 ³	44,9 ³	24,4 ³	91 ⁷	16,18 ⁷

(nd) : absence de données ; (1) : Girard *et al.*, 1993 ; (2) : Smith *et al.*, 1993 ; (3) : Wong *et al.*, 1993 ; (4) : Paquin, 1988 ; (5) : Salichon *et al.*, 1993 ; (6) : Pingel et Knust, 1993 ; (7) : USDA, 1997.

Certaines volailles (canard et oie) sont gavées afin d'induire un stockage excessif de matières grasses au niveau du foie. Ces foies au métabolisme anormal sont ensuite valorisés sous forme de foie gras. Par ailleurs, le gavage du canard a pour conséquence un accroissement de l'engraissement corporel. Au niveau du muscle, il se traduit par une augmentation de la teneur en lipides, au détriment de la teneur en eau (tableau I.1). Ainsi, le muscle *Pectoralis major* (filet) d'un canard de Barbarie maigre présente une teneur en eau et en lipides respectivement de 77,8 % et de 2,5 % contre 75,3 % et 4,7 % chez le canard de Barbarie gavé (Auvergne, 1992).

Le gavage induit une synthèse lipidique endogène importante et se traduit donc essentiellement par l'augmentation des dépôts lipidiques sous cutanés et abdominaux. En termes de composition, le gavage accroît la teneur en acides gras mono-insaturés (36,10 contre 50,22 %), au détriment des acides gras poly-insaturés (31,10 contre 16,24 %), la teneur en acides gras saturés restant identique (32,80 contre 33,54 %) (Girard *et al.*, 1993).

Microbiologie

La viande de volaille est considérée comme responsable de nombreuses infections alimentaires dans le monde (Sofos, 1994), par l'intermédiaire d'agents pathogènes comme *Salmonella spp.*, *Clostridium botulinum*, *Clostridium perfringens*, *Streptococcus spp.*, *Staphylococcus aureus*, *Campylobacter jejuni*, *Bacillus cereus*, *Escherichia coli* (en particulier 0157 :H7), *Aeromonas spp.*, *Listeria monocytogenes* et *Yersinia enterocolitica*¹. Cependant, il est à noter que, jusqu'à plus ample informé, aucune pathologie de type encéphalopathie spongiforme n'a été mise en évidence chez des volailles, ce qui tendrait à confirmer l'hypothèse selon laquelle l'ESB ne se transmet pas à ces animaux (Cawthorne, 1997).

L'animal vivant constitue la principale source de contamination de la viande. Ainsi, *Clostridium perfringens*, *Staphylococcus aureus*, *Salmonella spp.*, *Escherichia coli* (en particulier 0157 :H7), *Listeria monocytogenes* ou *Campylobacter jejuni* sont fréquemment isolés dans l'environnement des bâtiments d'élevage et sur les carcasses (Grau, 1986 ; Jouve, 1993), ainsi que *Yersinia enterocolitica*, *Brochothrix thermosphacta* et *Aeromonas spp.* (Salvat et Colin, 1995) ou encore *Micrococcus spp.*, *Moraxella spp.*, *Acinetobacter spp.* et *Flavobacterium spp.* (Grau, 1986 ; Geomaras *et al.*, 1996). Les micro-organismes contaminent les carcasses directement par contact des muscles avec les plumes, les pattes, les viscères et les matières fécales, lors des opérations de transformation (Kraft, 1971). L'eau utilisée abondamment pendant les opérations d'échaudage et de plumaison, constitue une source de contamination directe et indirecte, par inter-contamination des carcasses (Auclair et Simard, 1982 ; Jouve, 1993 ; Geomaras *et al.*, 1996).

Le niveau de contamination des abattoirs de volaille est élevé (Auclair et Simard, 1982). Ces remarques justifient l'utilisation de méthodes de décontamination des surfaces, des outils² et des eaux usées³ ainsi que des carcasses, en utilisant dans ce dernier cas par exemple l'exposition de la surface des produits à de la vapeur⁴, de l'eau chaude⁵, du chlore⁶, de l'acide

¹ Tompkin, 1980 ; Johnston, 1983 ; Baker *et al.*, 1987 ; Holley *et al.*, 1988 ; Mead, 1989 ; Bryan et Doyle, 1995 ; Price, 1995 ; Tompkin, 1995

² Jouve, 1993 ; Bower *et al.*, 1996

³ Lillard, 1978-a ; Lillard, 1978-b ; Lillard et Thomson, 1983 ; Sheldon et Brown, 1986 ;

⁴ Morgan *et al.*, 1996

lactique⁷, des phosphates inorganiques⁸, de l'acide sorbique⁹, de la nisine¹⁰, de la glucose-oxydase¹¹, du glutaraldéhyde¹², de l'ozone¹³, des ultrasons¹⁴, une irradiation¹⁵, un courant électrique en milieu liquide¹⁶. Aussi, la mise en place d'un système HACCP est-elle recommandée pour les abattoirs de volailles (Goodfellow, 1995 ; Salvat et Colin, 1995 ; Bolder, 1997), les usines de transformation (Tompkin, 1995) et les sociétés de distribution (Price, 1995 ; Tompkin, 1995).

La microflore initiale des viandes de poulet est composée en moyenne de 34 % de microcoques, 24 % de corynébactéries, 16 % de lactobacilles et 16 % d'entérobactéries. Le stockage de cette viande en froid positif induit essentiellement la multiplication de *Pseudomonas sp. (fluorescens, putida et fragi)* (Lillard et Thomson, 1983 ; Gallo *et al.*, 1988 ; Jeong *et al.*, 1992 ; Varelz *et al.*, 1997), qui représente 80 % de la flore totale après 5 à 7 jours, et de *Brochothrix thermosphacta* (Gallo *et al.*, 1988).

La pénétration des micro-organismes dans le muscle mûré exige l'adhérence des bactéries au produit et une protéolyse préalable du collagène constituant l'épimysium, le perimysium et l'endomysium, et des glycoprotéines (Gill et Penney, 1982). Les Salmonelles sont essentiellement localisées sur la peau des volailles, en particulier au niveau des crevasses, des micro-replis et des follicules des plumes. Protégées par ces irrégularités de la microtopographie de la peau des volailles, elles résistent au rinçage. En effet, la structure physique de la peau (Kim *et al.*, 1996) joue un rôle bien plus important que la présence ou l'absence de flagelles (Lillard, 1986) et les facteurs membranaires spécifiques de *Salmonella sp.* dans l'adhérence de ces micro-organismes à la peau de volaille. L'adhésion semble n'être possible que si le muscle a été humidifié/immergé, ce qui se traduit par une expansion du tissu conjonctif, favorable à l'adhésion des bactéries. La présence de sel dans l'eau de rinçage limite l'adhésion des bactéries (*Salmonella sp.*, *Escherichia coli*, *Campylobacter sp.* ...) au muscle (Thomas et McMeekin, 1981 ; Campbell *et al.*, 1987).

I.1.2. Les produits de salaison de viande de volaille

Principaux produits de salaison de viande de volaille

La salaison des produits issus de l'aviculture est à la fois beaucoup moins développée (Varnam et Sutherland, 1995) et beaucoup moins étudiée que celle des produits à base de porc et de bœuf. Quelques travaux ont été cependant publiés, en particulier sur :

- la salaison/fumaison du magret de canard à froid (Setiawan *et al.*, 1993 ; Lesimple, 1995 ; Lesimple *et al.*, 1995),

⁵ Bolder, 1997

⁶ Bolder, 1997

⁷ Mossel et van Netten, 1989

⁸ Li *et al.*, 1997 ; Varelz *et al.*, 1997

⁹ Serdaroglu *et al.*, 1992

¹⁰ Mahadeo et Tatini, 1994

¹¹ Jeong *et al.*, 1992

¹² Thomson *et al.*, 1977

¹³ Sheldon et Brown, 1986

¹⁴ Lillard, 1994

¹⁵ Katta *et al.*, 1991 ; Lamuka *et al.*, 1992 ; Bolder, 1997

¹⁶ Bolder, 1997

- la salaison/fumaison à chaud de viande de dinde¹⁷, de poulet¹⁸, d'oie (Bauermann, 1979) et de canard (Palomar et Arganosa, 1979 ; Palomar, 1980 ; Chen et Lin, 1997),
- l'élaboration de produits de type jambon cuit à base de viande de dinde¹⁹ ou de canard (Madlansacay *et al.*, 1988).
- la formulation de bacon de dinde²⁰ ou de poulet (Bauermann, 1979),
- la fabrication de saucisses à base de viande de poulet²¹ ou de dinde²²,
- la mise au point de saucisson sec à base de viande de poulet (Holley *et al.*, 1988) ou de dinde (Mountney et Parkhurst, 1995),
- la mise au point de produits secs de type *charque* ou *jerky* (viande salée, séchée et fumée à froid) à partir de viande de dinde (Carr *et al.*, 1997)
- l'élaboration de produits cuits/frits ou prêts à cuire, à base de viande de poulet ou de dinde, par marinage²³, formulation et retexturation (Graham et Marriott, 1986) ou injection (Moran Jr, 1992),
- la mise au point de produits de type pâté/haché à base de viande de poulet ou de canard (Bushway *et al.*, 1982 ; Reddy et Rao, 1997-b),
- l'élaboration de surimi de volaille (Claus *et al.*, 1994).

Le tableau I.3 présente la composition des principaux produits de salaison issus de viandes de volaille. Globalement, ces produits sont peu salés et relativement peu séchés, à l'exception du magret de canard, des produits de type saucisse sèche et de certains bacons de dinde. Les produits obtenus ne sont généralement pas stables à température ambiante. Leur durée de vie en froid positif reste également limitée (Wiesniewski et Maurer, 1979 ; Richardson, 1989).

Contexte et marchés des produits de salaison de volaille

L'aviculture est un secteur particulièrement dynamique depuis les années 50, en particulier pour ce qui concerne la viande de volaille. La viande de volaille, et de dinde en particulier (Morris, 1989), bénéficie d'une excellente image chez le consommateur occidental, qui l'estime plus diététique²⁴, plus respectueuse de l'environnement²⁵, potentiellement moins dangereuse, surtout depuis l'épidémie d'ESB²⁶, et particulièrement bon marché²⁷. D'autre part, elle est moins touchée par le rejet dont souffrent les viandes rouges vis-à-vis des populations à tendance végétarienne des pays occidentaux (Santos et Booth, 1996). Enfin, elle constitue une source de protéines animales très intéressante pour les PED (Belemlih, 1986 ;

¹⁷ Cooper et Jenkinson, 1974 ; Wisniewski et Maurer, 1979 ; Sheldon *et al.*, 1982 ; Lahav, 1985 ; Richardson, 1989 ; Busboom, 1992

¹⁸ Chatterjee *et al.*, 1971 ; Oblinger *et al.*, 1977 ; Stubblefield et Hale, 1977 ; Stubblefield *et al.*, 1977 ; Frentz, 1990

¹⁹ Hasiak *et al.*, 1984 ; Chen et Jones, 1988 ; Baker, 1990 ; Bater *et al.*, 1993 ; Healthy Choice, 1997

²⁰ Baumgart *et al.*, 1980 ; Suderman *et al.*, 1988 ; Walters *et al.*, 1992

²¹ Baker *et al.*, 1968, 1970 et 1972 ; Lahav, 1985 ; Larsen *et al.*, 1986 ; Baccus-Taylor et Maurer, 1991 ; Baccus-Taylor *et al.*, 1993 ; Lee *et al.*, 1997

²² Keller et Acton, 1974 ; Sales *et al.*, 1980 ; Tellefson et Bowers, 1981 ; Wesley *et al.*, 1982 ; Beggs *et al.*, 1997

²³ Heath et Owens, 1991 ; Puttarajappa *et al.*, 1997 ; Reddy et Rao, 1997-a

²⁴ Bruhn, 1994 ; Healthy Choice, 1997

²⁵ Cuisset, 1993

²⁶ Devine, 1996 ; Raeside, 1997 ; Cawthorne, 1997 ; Bolder, 1997

²⁷ Cuisset, 1993 ; Devine, 1996

Cuisset, 1993), en particulier en raison des relatives facilités d'élevage et de l'absence d'interdit religieux la concernant (Gascoyne, 1989).

Tableau I.3. Composition des principaux produits de salaison à base de viande de volaille

Produit	Eau (%)	Sel (%)	Lipides (%)
<i>Canard</i>			
Canard salé, séché, fumé à chaud	68,16-69,24 ⁰	3,27-3,96 ⁰	3,96-5,34 ⁰
Magret salé, séché, fumé à froid	57,5 ¹	3,5 ¹	
<i>Dinde</i>			
Bacon	72,0-73,3 ²		0,9-5,1 ²
	70,1 ³		8,7 ³
	61,86-72,57 ⁴		6,71-21,76 ⁴
Jambon cuit	59,2-59,6 ⁵	3,25-3,45 ⁵	19,1-19,7 ⁵
	70,98-71,77 ⁵	2,00-3,06 ⁵	4,92-5,24 ⁵
		2,36 ⁶	2,78 ⁶
Dinde salée et fumée à chaud	68,2-74,8 ⁵	2,34-2,79 ⁵	2,3-9,1 ⁵
	65,2-66,6 ⁷	2,1-3,0 ⁷	
	57,8-64,0 ⁸	1,91-4,51 ⁸	
Saucisse de dinde		1,13-2,61 ⁹	
	62,0-68,0 ¹⁰	2,8-3,3 ¹⁰	
	68,94-69,26 ⁵	2,32-2,42 ⁵	9,49-9,74 ⁵
Saucisse de dinde cuite et séchée	43,8-47,8 ¹⁵	2,1-2,3 ¹⁵	13,6-14,6 ¹⁵
<i>Poulet</i>			
Filet de poulet salé et fumé à chaud	68,43-68,57 ⁵	2,40-2,45 ⁵	9,80-10,40 ⁵
	64,5-67,5 ¹¹	2,68-3,37 ¹¹	
		3,57-5,07 ¹²	
Saucisse de poulet	68,22-72,23 ¹³		3,40-3,85 ¹³
	68,6 ¹⁴	0,9 ¹⁴	1 ¹⁴

(0) : Palomar et Arganosa, 1979 ; (1) : Deumier, 1994 ; (2) : Suderman *et al.*, 1988 ; (3) : Walters *et al.*, 1992 ; (4) : Baumgart *et al.*, 1980 ; (5) : USDA, 1997 ; (6) : Healthy Choice, 1997 ; (7) : Sheldon *et al.*, 1982 ; (8) : Wisniewski et Maurer, 1979 ; (9) : Hale *et al.*, 1977 ; (10) : Mountney et Parkhurst, 1995 ; (11) : Stubblefield et Hale, 1977 ; (12) : Stubblefield *et al.*, 1977 ; (13) : Chatterjee *et al.*, 1971 ; (14) : Lee *et al.*, 1997 ; (15) Keller et Acton, 1974

La percée de la découpe de dinde et l'engouement des consommateurs pour les volailles labellisées sont les principaux moteurs de la croissance du secteur²⁸, qui s'inscrit dans un changement des habitudes alimentaires des pays du Nord, vers un régime plus riche en fruits et légumes, en poulet et en dinde, et moins riche en viandes rouges (Bruhn, 1994). La viande de dinde est la principale responsable de cet essor dans les pays du Nord (Morris, 1989 ; Devine, 1996). En 1997, 85 % des foyers ont acheté régulièrement de la dinde et chaque français a consommé en moyenne 6,5 kg de cette viande (Anonyme, 1997). Morris (1989) considère que la part de viande de dinde (rapportée à la consommation totale de viande), consommée par les occidentaux, pourrait passer des 5 % actuels à 25 % d'ici 2010.

En France, les perspectives d'avenir de la volaille paraissent très encourageantes. En effet, en 1991 le Français consommait 22 kg de viande de volaille, alors que l'Américain

²⁸ Girard *et al.*, 1993 ; Devine, 1996 ; Anonyme, 1997 ; Suaudeau, 1997

en consommait 43 kg, ce qui laisse présumer de l'existence de marges de développement particulièrement intéressantes. Ces chiffres sont à nuancer dans la mesure où ils supposent que l'évolution américaine soit transposable en France. Or, même si l'influence américaine est indéniable, le modèle alimentaire français reste différent.

La mise au point de produits nouveaux élaborés, intégrant une forte notion de service, une bonne image de marque et à des prix compétitifs, constitue une voie de diversification de la filière. En particulier, les charcuteries à base de viande de volaille ont déjà été identifiées comme un créneau porteur qui répond parfaitement aux souhaits des consommateurs²⁹, et plus spécialement des enfants, du fait de leur absence de typage (Varnam et Sutherland, 1995 ; Gattegno, 1997). Cette absence de typage permet également d'envisager l'aromatisation des viandes de volailles, afin de les positionner comme des concurrents des viandes rouges (Gascoyne, 1989). En 1997, 8100 tonnes de charcuteries de volaille (saucisses, rôtis tranchés, dés de volailles, jambon cuit - Figure I.3) ont été vendues en France, soit 42 % de plus qu'en 1996 (Moreau, 1998). Ce secteur avait progressé jusque là d'environ 70 % tous les ans (Gattegno, 1997). Cependant, la France connaît un certain retard dans le développement de produits élaborés à base de volaille. En effet, la première gamme de charcuteries de volailles française n'a été présentée qu'en 1988 par *Arrivé* au *SIAL*. Depuis, tous les transformateurs de la filière volaille (*Arrivé*, *LDC*, *Doux*, *Bourgoin...*), mais surtout des grandes sociétés extérieures au secteur avicole (*Fleury Michon*, *Herta...*), (Figure I.4) se sont lancés dans ce type de produits (Suaudeau, 1994 ; Moreau, 1998), qui présentent l'intérêt de créer beaucoup de valeur ajoutée (Varnam et Sutherland, 1995).

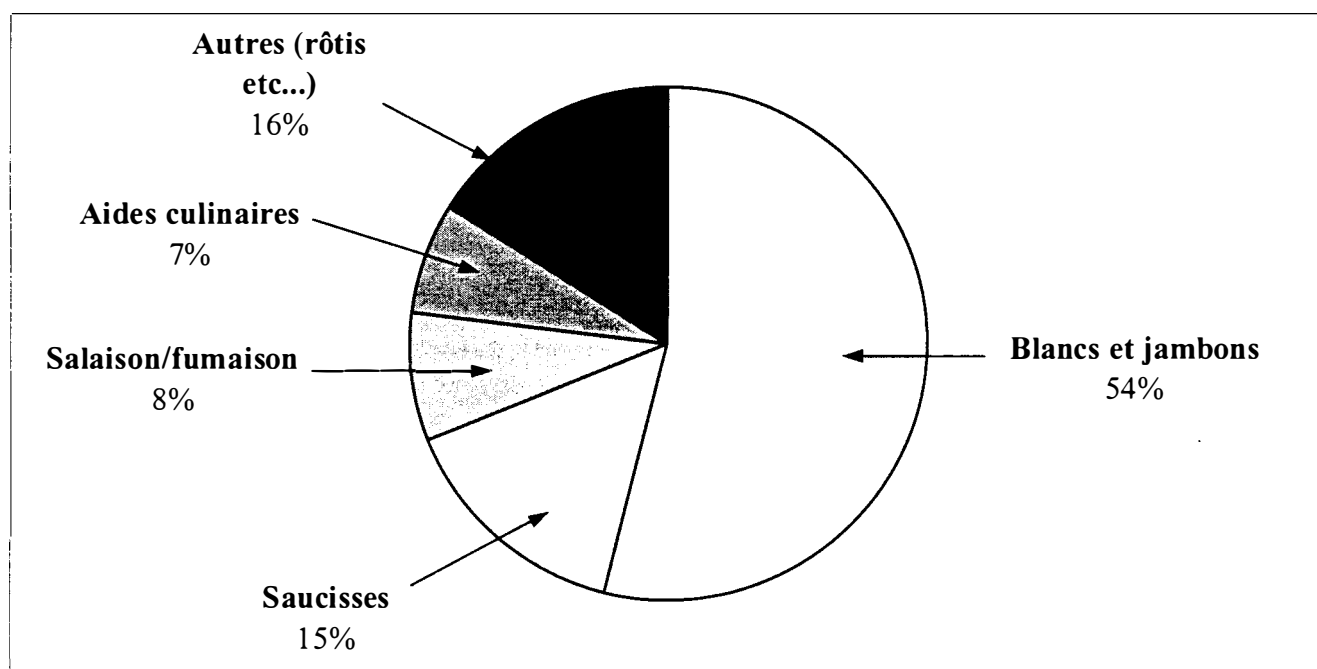


Figure I.3. Marché de la charcuterie de volaille en GMS fin 1997
(d'après Moreau, 1998)

²⁹ Cuisset, 1993 ; Suaudeau, 1994 ; Anonyme, 1997-b ; Gattegno, 1997

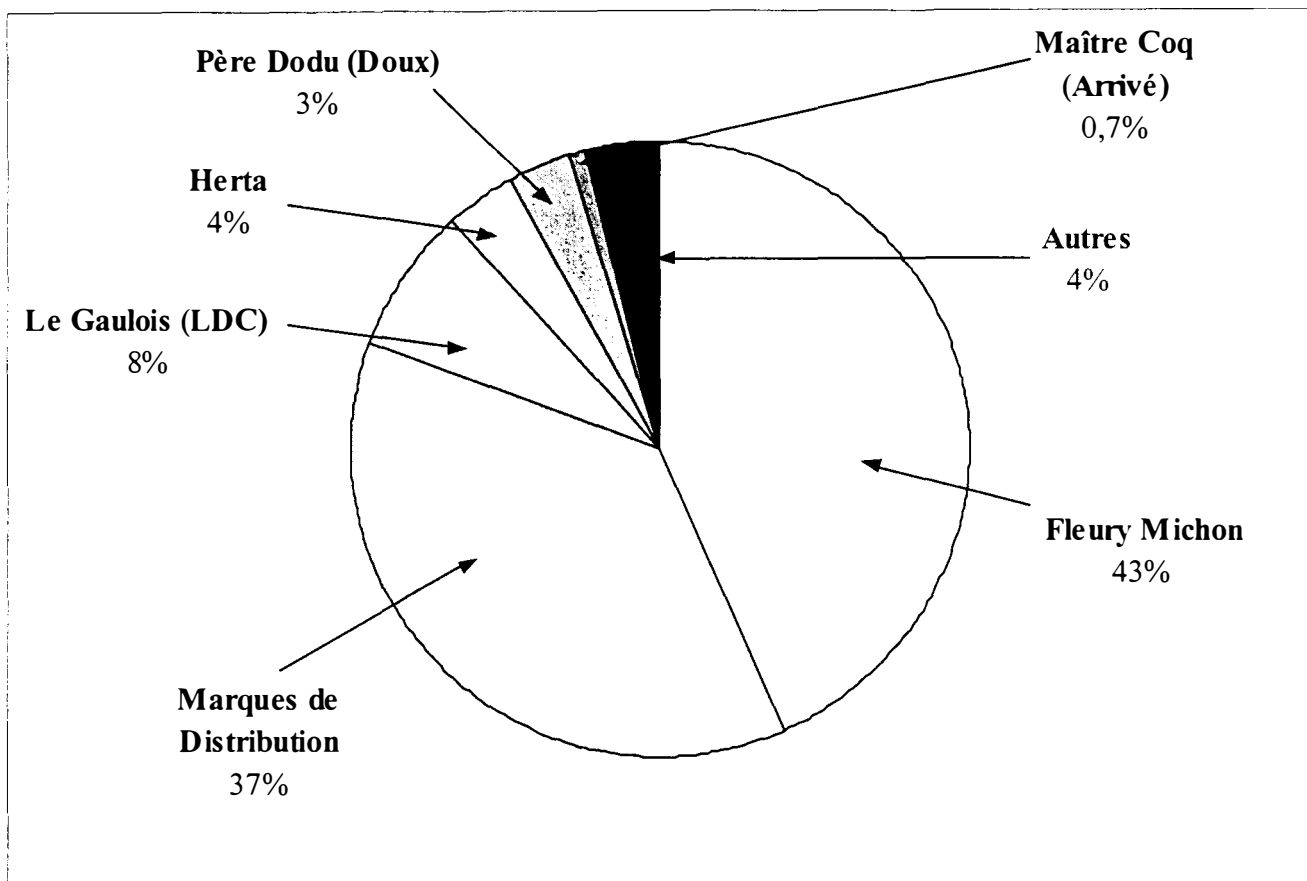


Figure I.4. Parts de marché des marques en blancs et jambons de volaille fin 1997
(d'après Moreau, 1998)

A l'origine, l'élaboration de produits de salaison avait pour but la stabilisation et la conservation des produits carnés, avec pour conséquence un typage organoleptique très fort (produits fortement salés, séchés, fumés...) ³⁰. Avec le développement des technologies du froid ³¹ et le concept de technologies *hurdle* (Leistner et Gorris, 1995), la mise au point de produits plus doux (moins salés, moins séchés, moins fumés, moins acidifiés,...) a été rendue possible (Lawrie, 1985 ; Price et Schweigert, 1987). En effet, la demande des consommateurs des pays du Nord s'oriente actuellement vers des produits faiblement transformés ³² et moins riches en additifs (Varnam et Sutherland, 1995), en particulier pour les produits de salaison, à base de viande ou de poisson ³³. La volonté du consommateur de trouver des produits plus proches du frais est motivée, d'une part, par des facteurs d'ordre organoleptique, et, d'autre part, par des concepts diététiques et médicaux plus ou moins justifiés.

Ainsi, les consommateurs demandent des produits à teneurs en sel réduite, cette exigence étant justifiée par les risques cardio-vasculaires liés à une trop forte consommation de sodium ³⁴. Cependant, la relation de causalité entre la quantité de sodium ingérée et

³⁰ Pearson et Tauber, 1984 ; Sainclivier, 1985 ; Townsend et Olson, 1987 ; Ismail et Wootton, 1992

³¹ Sainclivier, 1993 ; Jeremiah, 1996

³² Cervený, 1980 ; Ohlsson, 1994 ; Gould *et al.*, 1995 ; Leistner et Gorris, 1995

³³ Hansen, 1980 ; Barbut et Findlay, 1989 ; Richardson, 1989 ; Ismail et Wootton, 1992 ; Bruhn, 1994 ; Burger, 1995 ; Moskowitz, 1995-b ; Boatella *et al.*, 1996

³⁴ Baldini *et al.*, 1984 ; Pinedo *et al.*, 1987 ; Katoh et Nakamura, 1988 ; Barbut et Findlay, 1989 ; Mittal et Barbut, 1989 ; Varnam et Sutherland, 1995

l'hypertension artérielle fait actuellement l'objet d'une polémique (Anonyme, 1997-a ; Ely, 1997 ; Pszczola, 1997). Certains facteurs comme la sensibilité individuelle au sel, les aspects génétiques, la proportion d'autres cations dans l'alimentation, la surcharge pondérale, la consommation de tabac et d'alcool, l'exercice physique ou le stress jouent également un rôle important et interagissent probablement avec la quantité de sodium ingéré³⁵. En conséquence, la teneur en sel moyenne des jambons fumés américains est passée de 5.2 à 2.5 % entre 1939 et 1979 (Cervený, 1980). Certaines méthodes de substitution partielle du chlorure de sodium ont été proposées, comme l'utilisation de chlorures non sodiques (KCl, CaCl₂...), de phosphates, de certains peptides ou de liants (carraghénanes, protéines végétales...) (Pinedo *et al.*, 1987 ; Barbut et Findlay, 1989 ; Seki *et al.*, 1990 ; Pilkington et Allen, 1994).

La diminution du degré de fumage des produits industriels est une conséquence de la sensibilisation des consommateurs au problème des composés carcinogènes, comme les hydrocarbures aromatiques polycycliques (Gilbert et Knowles, 1975 ; Lesimple, 1995 ; Chen *et al.*, 1996 ; Chen et Lin, 1997) et les composés N- nitroso (Sen *et al.*, 1993 ; Lesimple, 1995), dans les produits fumés.

De même, les nitrites font l'objet d'un rejet de la part des consommateurs. En effet, ils interviennent dans la formation de N-nitrosamines carcinogènes (Theiler *et al.*, 1981 ; Shahidi, 1991 ; Shahidi *et al.*, 1994 ; Cassens, 1995). La diminution des doses de nitrites ou leur remplacement par des combinaisons d'additifs/auxiliaires de fabrication, présentant des propriétés technologiques similaires, (pigments encapsulés, sorbates, bactéries lactiques, acides organiques, nisine...), sont préconisés (Sofos et Busta, 1980 ; Shahidi, 1991 ; O'Boyle *et al.*, 1992 ; Miller *et al.*, 1993 ; Sen et Badoo, 1997).

I.2. Les procédés de fabrication des produits de salaison

Les opérations de salage, séchage et fumage de viande de volaille bénéficient des nombreux travaux publiés dans ce domaine sur d'autres produits carnés. A ce titre, elles peuvent être le plus souvent transposées sans difficulté à la volaille³⁶. Il n'en va cependant pas de même pour la maturation, qui est très largement dépendante de la composition originale de la matière première et des flores microbiennes endogènes et/ou artificielles. Les phénomènes mis en jeu commencent à être élucidés dans le cas du jambon sec³⁷ et du saucisson sec³⁸, mais ils restent à éclaircir dans le cas des produits de salaison à froid à base de viandes de volaille. En effet, peu de données ont été publiées sur ce sujet (Ramarathnam *et al.*, 1991 ; Lesimple *et al.*, 1995). Cet état de fait peut expliquer que la majorité des produits de charcuterie actuellement sur le marché est constituée de produits de salaison cuits, les produits crus étant rares (Varnam et Sutherland, 1995), à l'exception du saucisson sec de volailles, du bacon de dinde et de quelques produits à base de viande de canard, comme le magret de canard séché ou fumé (Setiawan *et al.*, 1993 ; Benzénine, 1995 ; Lesimple *et al.*, 1995) et le *nan-an* chinois (Yongchang, 1989).

³⁵ Ely, 1997 ; Kotchen et Kotchen, 1997 ; Kuller, 1997 ; McCarron, 1997 ; Preuss, 1997 ; Reisin, 1997 ; Staessen *et al.*, 1997

³⁶ Chatterjee *et al.*, 1971 ; Juven et Gertshovki, 1976 ; Oblinger *et al.*, 1977 ; Stubblefield *et al.*, 1977 ; Wisniewski et Maurer, 1979

³⁷ Berdagué *et al.*, 1991 ; Garcia *et al.*, 1991 ; Barbieri *et al.*, 1992 ; Buscailhon, 1992

³⁸ Lücke, 1985 ; Roca et Incze, 1990 ; Charrier, 1992

Les opérations de transformation des produits ethniques, traditionnels (ou positionnés comme tels) et/ou haut de gamme mettent en œuvre des procédés de salaison très traditionnels, comme le salage à sec et le fumage traditionnel à froid (Setiawan *et al.*, 1993 ; Lesimple *et al.*, 1995). En effet, différents travaux ont montré que les consommateurs préfèrent les produits salés à sec et fumés traditionnellement (Wisniewski et Maurer, 1979 ; Busboom, 1992).

Les produits de consommation plus courante bénéficient des technologies récentes, comme l'injection³⁹, le malaxage⁴⁰ éventuellement réalisé sous vide⁴¹, ou encore l'utilisation d'arômes naturels de fumée (Busboom, 1992).

I.2.1. Les procédés actuels de salaison

I.2.1.1. Les propriétés des principaux agents de salaison

Les fonctions de stabilisation des agents de salaison

L'effet bactériostatique du sel est lié à deux phénomènes. D'une part, la présence de sel limite l' A_w du produit. D'autre part, les ions sodium (Na^+) présentent une activité inhibitrice spécifique vis-à-vis des micro-organismes. Aux concentrations rencontrées dans les produits de salaison, ce second phénomène est prépondérant (Varnam et Sutherland, 1995). Les nitrites sont utilisés en salaison pour leur fort pouvoir bactériostatique (voire bactéricide), en particulier vis-à-vis de *Clostridium botulinum* (Cassens, 1995). Le mode d'action des nitrites n'est pas encore élucidé complètement. Il semblerait que les composés actifs soient des dérivés ioniques des nitrites de type $[\text{Fe}_4\text{S}_3(\text{NO})_7]^-$ (Cammack *et al.*, 1999). Les acides organiques présentent de remarquables propriétés inhibitrices vis-à-vis de nombreux micro-organismes (Cannon *et al.*, 1993 ; Hsiao et Siebert, 1999), et en particulier de *Clostridium botulinum* (Miller *et al.*, 1993). De même, les phosphates présentent une activité antimicrobienne *in vitro*. Cependant, cet effet des phosphates est faible, très discuté et tout à fait secondaire par rapport aux propriétés physico-chimiques de ces additifs (Varnam et Sutherland, 1995).

Les fonctions organoleptiques des agents de salaison

Influence des agents sur la flaveur

D'un point de vue sensoriel, le chlorure de sodium libre modifie la flaveur du produit. La transduction serait réalisée par des canaux ioniques à sodium (Na^+) activés par les ions chlorure (Cl^-) (Beauchamp et Brand, 1994). Dans le cas des produits carnés, la teneur en sel minimale nécessaire à l'apparition de la saveur salée est égale à 1.5 %. Au-delà de 4 %, les produits sont généralement considérés comme trop salés, la tolérance pouvant aller jusqu'à environ 6 % dans le cas de produits fortement fumés et/ou contenant des sucres (Varnam et Sutherland, 1995). Pourtant, la sensibilité à la saveur salée est variable (Johansson *et al.*, 1973), voire inexistante chez les agueusiques complets ou partiels (Uziel et Smadja, 1985). Le facteur de variabilité ne semble pas être ethnique. En effet, il apparaît que la sensibilité au salé

³⁹ Hale *et al.*, 1977 ; Sheldon *et al.*, 1982 ; Lahav, 1985 ; Chen et Jones, 1988 ; Suderman *et al.*, 1988

⁴⁰ Babji *et al.*, 1982 ; Lahav, 1985 ; Suderman *et al.*, 1988 ; Bater *et al.*, 1993

⁴¹ Lahav, 1985 ; Chen et Jones, 1988 ; Suderman *et al.*, 1988 ; Lindemann, 1994

ainsi que les préférences pour le degré de salage ne sont pas influencées par l'origine ethnique des individus, mais plutôt par les expériences individuelles et les habitudes alimentaires acquises (Prescott et Bell, 1995). De plus, l'existence d'un rassasiement sensoriel spécifique pour le salé fait encore l'objet de controverses. Certains le considèrent comme réel (Nicolaidis, 1992) mais d'autres le jugent inexistant en dehors des cas pathologiques (Beauchamp et Brand, 1994 ; Mattes, 1997). Ajoutons que certains chlorures sont perçus comme amers, l'amertume perçue étant corrélée positivement avec la somme des diamètres des ions constituant la molécule (Barbut et Findlay, 1989). Si le sel peut être considéré comme un exhausteur de goût d'un point de vue hédonique, Kemp et Beauchamp (1994) ont montré que l'addition de sel ne modifie pas l'intensité de la saveur d'autres substances. Enfin, la cuisson induit la formation d'un complexe protéines-sodium, qui rend la proportion d'ions sodium complexés inactive, ce qui explique qu'à teneur en sel égale, un produit cuit paraît moins salé qu'un produit cru.

La saveur acide des produits marinés est probablement induite par les ions H_3O^+ sur les cellules réceptrices via un récepteur ou un canal membranaire encore inconnu. Cependant, l'anion associé joue probablement un rôle important dans la transduction, étant donné que sa nature induit des réactions différentes (saveur générale du produit, augmentation de la quantité de salive, ...) (Beauchamp et Brand, 1994 ; Hartwig et McDaniel, 1995).

Bien qu'il existe des différences sensorielles marquées entre des produits de salaison traités avec et sans nitrites⁴², ces additifs n'ont toujours pas été associés à une saveur spécifique. Cependant, certains composés dérivés des nitrites, comme la nitrosomyoglobine et la S-nitrosocystéine, sont des antioxydants, qui participent donc directement à la saveur du produit (Mottram *et al.*, 1984 ; Varnam et Sutherland, 1995).

Le sel joue un rôle pro-oxydant et favorise le rancissement des matières grasses (Gray *et al.*, 1994). Les nitrites (Mac Donald *et al.*, 1980-b) et les phosphates (Craig *et al.*, 1996), mais surtout l'acide ascorbique (Mitsumoto *et al.*, 1991) et la vitamine E (Gray *et al.*, 1994), ont une action antioxydante marquée.

Influence des agents sur la couleur

L'utilisation des nitrites en salaison a pour conséquence la modification de la couleur du produit, qui devient nettement plus rouge (Froehlich *et al.*, 1983). En effet, les nitrites réagissent avec la myoglobine pour donner la nitrosometmyoglobine de couleur brune. Dans des conditions réductrices et modérément acides, ce composé est réduit en un composé rose, la nitrosomyoglobine, qui est instable. La chaleur produite au cours de la cuisson de produits de type jambon cuit stabilise la couleur en transformant la nitrosomyoglobine en un pigment stable, le nitrosomyochromogène, par dénaturation de la myoglobine (Cornforth, 1994).

Influence des agents sur les propriétés physico-chimiques

Le chlorure de sodium et les phosphates améliorent la solubilité des protéines musculaires et augmentent le pouvoir de rétention d'eau. Ainsi, lorsque du sel est mis en contact avec la surface d'un muscle, la surface du muscle devient "collante" (Sainclivier,

⁴² MacDougall *et al.*, 1975 ; Mac Donald *et al.*, 1980-a ; Froehlich *et al.*, 1983 ; Noel *et al.*, 1990

1985). Cet effet est dû à l'action du sel sur les protéines. Offer et Trinick (1983) ont étudié le comportement de myofibrilles isolées, et immergées dans des solutions de NaCl : un gonflement des myofibrilles est observé à partir d'une concentration de 0,2 molalité. A 1 molalité, le diamètre des fibres est multiplié par un facteur de 2,8. Un accroissement de la concentration en sel augmente les forces de répulsion électrostatiques entre les filaments d'actine et de myosine des myofibrilles (Hamm, 1960 ; April *et al.*, 1972). Ce mécanisme contribue à augmenter le volume d'eau disponible. Ainsi, l'extension des chaînes, et le gain d'eau d'hydratation des protéines seraient simultanément à l'origine du gonflement des myofibrilles (Hamm, 1960). Cette expansion est néanmoins limitée par les ponts transversaux. Accroître la concentration en sel revient à affaiblir les interactions actine-myosine (Hamm, 1960 ; Offer et Trinick, 1983). Par exemple, une concentration en sel de 0,6 molalité à pH = 5,5 suffit pour solubiliser le filament de myosine. Soulignons que la solubilisation, même partielle, du complexe d'actomyosine, peut augmenter considérablement la viscosité de la solution occluse dans les myofibrilles. Au-delà d'une molalité, l'ajout de sel diminue le pouvoir de rétention d'eau.

Les polyphosphates favorisent la liaison de l'eau et des protéines musculaires selon trois mécanismes. Tout d'abord, les polyphosphates augmentent le pH. D'autre part, ils complexent certains cations liés aux protéines musculaires (Ca^{2+} et Mg^{2+}), rompant ainsi les ponts protéiques. En conséquence, le réseau protéique se relâche, provoquant une augmentation de la capacité de rétention d'eau (Hamm, 1960, Theno *et al.*, 1978-b). Enfin, ils dissocient le complexe actomyosine (Offer et Trinick, 1983).

Le marinage de viandes se traduit par une amélioration de la tendreté des produits traités. L'acide intervient de deux façons dans ce phénomène. Tout d'abord, l'acide modifie la structure du collagène (Kijowski et Mast, 1993), ce qui est particulièrement intéressant dans le cas de produits destinés à la cuisson (Rao et Gault, 1990). D'autre part - et surtout - en éloignant le pH du muscle de son point isoélectrique, le marinage induit une augmentation du pouvoir de rétention d'eau du muscle, ce qui se traduit par une amélioration de la tendreté et de la jutosité du produit (Rao et Gault, 1990 ; Cannon *et al.*, 1993).

I.2.1.2. Les technologies actuelles mises en œuvre pour la formulation de produits d'origine animale

Traditionnellement, de nombreux procédés de transformation des produits carnés combinent une étape de formulation et une étape de séchage. Le salage, qui est le procédé de formulation le plus répandu, peut être réalisé par différentes méthodes :

Les traitements dits «à sec»

Le procédé de salage traditionnel consiste à mettre en contact un mélange de cristaux de sel sec avec le produit traité, qui peut être du poisson (Voskresensky, 1965 ; Zugarramurdi et Lupin, 1980), de la viande (Dussap et Gros, 1980 ; Torres *et al.*, 1994 ; Parolari, 1996) ou du fromage (Harfouch *et al.*, 1990 ; Bines et Holmes, 1994).

Le mélange sec peut être complexifié, en particulier dans le cas de la salaison de produits à base de viande. Ce mélange contient généralement du sel, des sucres, des nitrites et/ou des nitrates (Kemp *et al.*, 1974 ; Kemp et Fox, 1977 ; Flores, 1997).

Afin d'automatiser et de standardiser le procédé, l'aspersion mécanisée au sel sec de viandes (Soncini, 1984) ou de poissons (Lopez-Gallego, 1996) a été proposée. Cette aspersion peut être réalisée sous pression (canons à sel, champ électrostatique, introduction mécanique...). De tels procédés ont été appliqués au salage de fromages (Muzzarelli, 1984 ; Cosentino *et al.*, 1987) et de poissons (Ismail et Wooton, 1992).

Cependant, les procédés au sel sec sont difficilement contrôlables et aboutissent à des produits hétérogènes, souvent très salés, décolorés et crûtés (Pearson et Tauber, 1984 ; Varnam et Sutherland, 1995). Le fait que les produits soient exposés à l'air les soumet également aux contaminations et à l'oxydation (Sainclivier, 1985). Enfin, les procédés de salage à sec sont particulièrement consommateurs d'espace, demandent beaucoup de main-d'œuvre et génèrent des stocks très importants (Pearson et Tauber, 1984 ; Price et Schweigert, 1987).

L'immersion dans une solution concentrée

L'immersion des produits dans une solution concentrée, appelée également saumurage, est très répandue. Ainsi, le procédé de saumurage simple, en solution binaire eau/sel, est appliqué au salage de poissons⁴³, de fromages⁴⁴ ou de cuirs (Bailey, 1992). Néanmoins, d'après Sabadini *et al.* (1998), le salage par immersion en saumure saturée serait plus lent que par salage à sec.

La solution concentrée peut être complexifiée, afin de formuler plus finement le produit. Ainsi, les viandes traitées en salaison sont le plus souvent saumurées dans une solution contenant du sel, des sucres, des nitrates et/ou des nitrites (Hornsey et Mallows, 1955-b ; Taylor *et al.*, 1980 ; Andersen et Hinrichsen, 1995). De même, dans les pays nordiques, les filets de hareng sont saumurés dans une solution contenant du sel et du saccharose (McLay, 1972 ; Magnusson et Moller, 1985 ; Gudmundsdottir et Stefansson, 1997). Enfin, Brockwell (1981) propose de saumurer les fromages dans une solution composée de lactosérum et de sel, afin d'éviter que les caillés perdent leurs minéraux.

Le marinage consiste à mettre en contact le produit avec une solution acide. Notons à titre de curiosité que le marinage en solution alcaline est également, mais rarement, utilisé (Cannon *et al.*, 1993). Par abus de langage, toute immersion ayant pour but la formulation ou l'attendrissement d'un produit, en particulier destiné à être cuit, est également appelée marinage. A la limite du marinage, de nombreux procédés proposent d'utiliser les propriétés bactériostatiques des acides utilisés seuls. Dans ce dernier cas, la formulation doit être suffisamment contrôlée pour éviter l'apparition d'une saveur acide dans le produit. Le procédé de marinage, dans des solutions eau/sel/acide, de poissons⁴⁵ ou de viandes⁴⁶ permet donc de proposer des produits salés et acidifiés. Les acides utilisés sont nombreux. On peut citer en particulier les jus de fruits (Behanan *et al.*, 1992), le vinaigre⁴⁷, l'acide acétique⁴⁸, l'acide citrique, l'acide sorbique (Hansen, 1980 ; Murray, 1988), l'acide benzoïque (Hansen, 1980 ; Murray, 1988) et la glucono delta lactone (GDL) (Labell, 1981). Par rapport aux autres

⁴³ Voskresensky, 1965 ; Del Valle et Nickerson, 1967 ; Ravesi et Krzynowek, 1991 ; Ismail et Wooton, 1992 ; Medina-Vivanco *et al.*, 1998 ; Mujaffar et Sankat, 1998

⁴⁴ Hansen, 1979 ; Geurts *et al.*, 1980 ; Bines et Holmes, 1994

⁴⁵ McLay, 1972 ; Wootton et Chuah, 1981 ; Rodger *et al.*, 1984 ; Murray, 1988 ; Behanan *et al.*, 1992

⁴⁶ Rao et Gault, 1990 ; Oreskovich *et al.*, 1992 ; Cannon *et al.*, 1993 ; Kijowski et Mast, 1993

⁴⁷ McLay, 1972 ; Hansen, 1980 ; Labell, 1981 ; Campbell *et al.*, 1992

⁴⁸ McLay, 1972 ; Murray, 1988 ; Rao et Gault, 1990 ; Behanan *et al.*, 1992

acides employés, ce dernier composé présente la particularité d'induire, à pH égal, une saveur acide beaucoup moins marquée (Dusautois *et al.*, 1993).

Le douchage de produit à l'aide d'une solution concentrée a été récemment développé et constitue une amélioration du saumurage. Il est utilisé pour le traitement de fromages⁴⁹ ou de viandes⁵⁰, éventuellement sous pression (Dimitrov et Yanchev, 1974), afin d'accélérer l'imprégnation.

Les saumures utilisées présentent une contamination microbienne importante (Merin *et al.*, 1983 ; Welsh et Zall, 1983). La flore microbienne naturelle ou artificielle des saumures interviendrait positivement dans la formulation de différents produits maturés, comme le hareng (Voskresensky, 1965), les fromages (Centeleghe *et al.*, 1971), le bacon (Eddy et Kitchell, 1961) et plus généralement les pièces de viandes maturées (Leistner, 1958-b ; Petäjä *et al.*, 1972 ; Hinrichsen et Andersen, 1994). Cependant, certains micro-organismes pathogènes⁵¹ ou d'altération⁵² sont susceptibles de se développer dans les saumures. La gestion des saumures doit prendre en compte les flores utiles, pathogènes et d'altération ainsi que le réajustement des concentrations en solutés (sel, sucres, nitrites, nitrates etc...) (Price et Schweigert, 1987 ; Varnam et Sutherland, 1995). Enfin, comme dans le cas des traitements à sec, les procédés d'immersion sont très consommateurs d'espace (Pearson et Tauber, 1984).

L'injection de solution concentrée dans le produit

L'injection sous pression d'une solution directement dans les produits est le procédé le plus développé dans l'industrie (Schmidt 1986 ; Claus *et al.*, 1994). L'injection peut être pratiquée par voie artérielle ou musculaire (Pearson et Tauber, 1984 ; Price et Schweigert, 1987). Elle a été développée afin d'améliorer les performances des procédés industriels de salage de fromages⁵³, de poissons⁵⁴ ou de viandes⁵⁵.

Les traitements par injection accélèrent fortement le salage, limitent les besoins en espace et en main-d'œuvre et permettent un fonctionnement en continu (Pearson et Tauber, 1984). Cependant, le risque microbiologique est encore plus important qu'en immersion (Leistner, 1958-a ; Townsend et Olson, 1987), surtout lorsque la technologie d'injection met en œuvre une recirculation de la solution (systèmes multi-aiguilles) afin de limiter les effluents (Varnam et Sutherland, 1995).

L'injection présente certes l'avantage d'introduire une quantité de sel connue dans le produit et de maîtriser ainsi sa teneur en sel finale. En revanche, l'introduction de sel étant réalisée par injection de saumure, de l'eau est également incorporée au produit. Ainsi, pour formuler un produit à 3 % de sel par injection de saumure saturée, 97 g d'eau sont introduits par kg de produit. Cet ajout d'eau pose un problème de principe dans la mesure où les produits formulés sont destinés à être séchés ou cuits.

⁴⁹ Shiler et Okinchits, 1978 ; Golovkov *et al.*, 1980 ; Krayner, 1986 ; Budahn et Burnell, 1989 ; Bines et Holmes, 1994

⁵⁰ Nazarova, 1972 ; Henning, 1977 ; Prosenbauer, 1989

⁵¹ Pantaléon *et al.*, 1958 ; Centeleghe *et al.*, 1971 ; Barnier *et al.*, 1988

⁵² Centeleghe *et al.*, 1971 ; Gardner, 1980

⁵³ Lee *et al.*, 1978 ; Kammerlehner, 1993

⁵⁴ CEVPM, 1993 ; Hansen *et al.*, 1996

⁵⁵ Brown *et al.*, 1974 ; Mandigo *et al.*, 1977 ; Olson *et al.*, 1979 ; Taylor *et al.*, 1980 ; Sheldon *et al.*, 1982 ; Handel *et al.*, 1991 ; Freixenet, 1993 ; Klaassen, 1993

Méthodes combinées

L'utilisation combinée de plusieurs de ces méthodes a été également proposée. Ainsi, Parker (1989) propose d'injecter une saumure saturée, contenant un excès de sel sous forme de cristaux insolubles, dans des viandes. D'autre part, l'injection de saumure peut être suivie d'une immersion⁵⁶ ou d'un salage à sec⁵⁷, voire de ces deux technologies (Varnam et Sutherland, 1995) dans le cas de la fabrication du bacon ou du jambon. Cette phase permet de poursuivre le salage, tout en permettant à la saumure injectée de s'homogénéiser dans le produit (Schmidt, 1986). De même, la combinaison de traitements à sec et par immersion est utilisée lors du salage sous vide de pièces de porc (Hermsen, 1979). Enfin, Shiler (1974) a proposé un procédé original de salage de caillés en alternant des phases de douchage et d'immersion en saumure.

1.2.1.2.5. Comparaison des coefficients de diffusion apparents

A part dans le cas du procédé d'injection, les transports de matière croisés (eau et sel) au cours du salage de viande⁵⁸ et de poisson⁵⁹ sont presque toujours interprétés comme des phénomènes diffusionnels. Dussap et Gros (1980) ont proposé un mécanisme de pénétration du sel dans les tissus animaux fondé sur l'hypothèse selon laquelle le sel serait transporté suivant la direction des fibres dans la phase aqueuse. Plusieurs auteurs (Wood, 1966 ; Djelveh et Gros, 1988) constatent cependant que le transport du NaCl n'est pas affecté par l'orientation des fibres musculaires. En revanche pour le glucose, la diffusion s'opère parallèlement au sens des fibres, le coefficient de diffusion apparent du glucose étant trois fois supérieur à celui obtenu pour une orientation perpendiculaire des fibres (Djelveh, 1990). On peut supposer que les solutés de masse molaire relativement importante ne pourraient pas atteindre la phase aqueuse disponible à l'intérieur des fibres.

Le tableau I.4 synthétise diverses évaluations de coefficient de diffusion de différents solutés dans des produits d'origine animale. En saumure à 20 °C, le coefficient de diffusion du sel dans la viande de porc vaut $0,25 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. En salage à sec, Dussap et Gros (1980) montrent que le coefficient de diffusion du sel dans la viande vaut $0,22 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 2 °C, ce qui indique que le salage à sec et le salage en saumure saturée sont comparables. Cependant, Sabadini *et al.* (1998) évaluent le coefficient de diffusion du sel dans la viande en salage à sec à $19,37 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ à 20 °C en tenant compte de la rétraction de la matrice viande. Or, le coefficient de diffusion mutuel à dilution infinie du système chlorure de sodium-eau à 25 °C est égal à $1,584 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ lorsque la concentration en sel atteint 4 molalités (Robinson et Stokes, 1959). Sabadini *et al.* (1998) fournissent ce résultat sans aucun commentaire. Il paraît difficilement explicable que le sel puisse diffuser plus vite dans la viande que dans l'eau.

Bien que les coefficients de diffusion ternaires en solution ternaires eau-sel-sucre ne soient pas encore connus, Reinfelds et Gosting (1964) et Henrion (1964) ont montré que l'ajout de saccharose à une solution de KCl pouvait diviser par 11 le coefficient de diffusion du KCl.

⁵⁶ Lawrie, 1985 ; Andersen et Hinrichsen, 1995 ; Varnam et Sutherland, 1995

⁵⁷ Taylor *et al.*, 1980 ; Lawrie, 1985

⁵⁸ Wood (1966), Fox (1980), Dussap et Gros (1980) et Djelveh et Gros (1988).

⁵⁹ Jason et Peters (1973), Narayanaswamy *et al.*, (1980) et Hsu et Deng (1980) ; Medina-Vivanco *et al.* (1999).

Tableau I.4. Coefficients de diffusion de différents solutés dans les produits animaux.
 Traitement effectué en saumure (Saum) ou en salage à sec (SaS)

Soluté	Traitement	Produit	T (°C)	Coefficient de diffusion ($\times 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Coefficient de diffusion mutuel à dilution infinie ($\times 10^{-9} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	Sources
NaCl	Saum	Porc	-2	0,14	1,60 à 25 °C	4
NaCl	SaS	Bœuf	2	0,22		2
NaCl	Saum	Hareng	2	0,11		1
NaCl	Saum	Fromage	4	0,22-0,37		8
NaCl	Saum	Porc	5	0,22		3
NaCl	Saum	Espadon	5	0,55-0,75		6
NaCl	SaS	Bœuf	10	17.21*		5
NaCl	Saum	Bœuf	10	0.25*		5
NaCl	Saum	Porc	12	0,22		4
NaCl	Saum	Bœuf	20	0.26*		5
NaCl	Saum	Hareng	20	0,23		1
NaCl	Saum	Tilapia	20	0,70-1,05		7
NaCl	Saum	Fromage	20	0,39-0,51		8
NaCl	SaS	Bœuf	20	19.37*		5
NaCl	Saum	Espadon	25	0,95-1,45		6
NaCl	Saum	Porc	25	0,36		4
Glucose	Saum	Bœuf	25	0,22-0,59	0,67 à 25 °C	9
NaNO ₂	Saum	Bœuf	5	0,15-0,25	1,91 à 25 °C	3
NaNO ₂	Saum	Porc	5	0,12-0,13	1,90 à 25 °C	3
NaNO ₃	Saum	Bœuf	5	0,14-0,22		3
NaNO ₃	Saum	Porc	5	0,22-0,24	1,29 à 25 °C	3
CH ₃ COOH	Saum	Hareng	2	0,17		1
CH ₃ COOH	Saum	Hareng	10	0,26		1
CH ₃ COOH	Saum	Hareng	20	0,45		1

(1) : Rodger *et al.* (1984) ; (2) : Dussap et Gros (1980) ; (3) : Fox (1980) ; (4) : Wood (1966) ; (5) : Sabadini *et al.* (1998) ; (6) : Del Valle et Nickerson (1967-b) ; (7) : Medina-Vivanco *et al.* (1998) ; (8) : Turhan (1996) ; (9) : Djelveh (1990) ; (*) : Hubinger (1999) précise que l'article de Sabadini *et al.* (1998) comporte une erreur sur l'ordre de grandeur des coefficients de diffusion. Il convient en effet de lire 10^{-9} au lieu de 10^{-10} dans ce papier.

Pour un traitement d'immersion dans une solution binaire de NaCl, une concentration minimale en sel est nécessaire pour enregistrer une perte en eau. Pour le salage de Hareng à 0°C (Reay, 1936 ; Slabyj *et al.*, 1987), de mulet à 0°C (Deng, 1977) et de fromage à 20°C (Harfouch, 1990), lorsque les solutions de traitement présentent des molalités en NaCl inférieures à 3,8 mol/kg, 3,7 mol/kg, 3,1 mol/kg et 1,5 mol/kg, respectivement, l'aliment gagne à la fois du sel et de l'eau. L'existence de ces concentrations critiques est explicable par le phénomène de gonflement des protéines. Pour une température de traitement de 10 °C, une concentration minimale de 3,5 molalités en NaCl est nécessaire pour obtenir une perte en eau (Kent, 1985). De nombreux travaux⁶⁰ se sont intéressés à l'équilibre qui s'établit entre la concentration en sel dans le muscle et la solution. Del Valle et Nickerson (1967-a) définissent un coefficient de partage (Ke). Ce coefficient de partage correspond au rapport entre les molalités en sel de la solution occluse dans l'aliment et de la solution exogène, respectivement. A l'équilibre, dans la limite des incertitudes expérimentales Ke est égal à l'unité et ce indépendamment de la concentration et de la température de la solution. Doe *et al.*, (1982) caractérisent l'isotherme de sorption isohalique (25°C) de tissus musculaires de cabillaud et montrent que l'activité de l'eau du tissu musculaire salé est identique à l'activité de l'eau de sa solution occluse (eau-NaCl) sur un domaine de concentration de 1 à 6,25 molalités en NaCl. Il apparaît ainsi, qu'à l'équilibre, il n'y a pas

⁶⁰ Del Valle et Nickerson, 1967-a ; Zugarramurdi et Lupin, 1980 ; Favetto *et al.*, 1981 ; Harfouch, 1990

d'interaction entre la phase aqueuse (NaCl-eau) et la structure protéique. Ces résultats peuvent apparaître toutefois en contradiction avec les effets directs du sel sur les protéines, précédemment développés. On peut raisonnablement penser que les protéines sont suffisamment dénaturées pour se comporter comme une matière inerte vis à vis de la phase aqueuse.

La contraction des muscles vivants nécessite du glucose. Cependant, les membranes cellulaires sont imperméables au glucose, molécule hydrophile, et des systèmes de transport du glucose du milieu extracellulaire au milieu intracellulaire assurent l'approvisionnement du muscle en glucose (Barnard et Youngren, 1992). Les transporteurs *Glut* réalisent ce transport passivement par diffusion facilitée, sans dépense d'ATP. Les transporteurs *SGLT* (sodium-glucose co-transporteurs) l'effectuent par transport actif secondaire couplé à un transport de sodium avec dépense d'ATP (Bastard *et al.*, 1998). Il n'existe aucune donnée précise sur la fonctionnalité de ces transporteurs membranaires dans des muscles morts. Cependant, Uechi *et al.* (1997) ont montré que des embryons de souris au stade à deux cellules pouvaient se développer après un cycle de congélation décongélation. Néanmoins, ces travaux ont montré que le développement d'embryons congelés était significativement plus faible que celui d'embryons frais. D'autre part, il semble que *Glut-1* soit nettement moins actif dans les embryons congelés que dans les embryons frais. D'autre part, l'affinité *in vitro* de *Glut-1* pour le glucose est indépendante de la température entre 15 et 37 °C, mais elle est divisée par deux lorsque la température passe de 42 °C à 5 °C dans un système membranaire artificiel (Lundqvist et Lundahl, 1997). Ajoutons que la variation de pH entre 5 et 10 modifie très peu l'affinité du glucose pour *Glut-1* dans un système membranaire artificiel (Lu *et al.*, 1997). Cependant, l'affinité diminue en dessous de pH 5,5 pour s'annuler à pH 3,6, la diminution d'activité étant particulièrement spectaculaire entre pH 5,5 et pH 4 (Lu *et al.*, 1993). Cependant, il convient de noter que l'expression de *Glut-1* est sensiblement perturbée par des altérations métaboliques (Kraegen *et al.*, 1993). Wagstaff *et al.* (1995) ont montré que *Glut-1* existe également chez les oiseaux, le poulet en particulier, et que sa composition en acides aminés est à 95 % semblable à celle de *Glut-1* chez les mammifères. Le transporteur *Glut-1* est plus rare dans les fibres musculaires de type α R à contraction rapide et aérobie (Barnard et Youngren, 1992). Notons que le muscle *Pectoralis major* est exclusivement composé de fibres de type α W, à contraction rapide et anaérobie (Smith *et al.*, 1993).

1.2.2. Les procédés actuels de séchage et leurs limites

Les techniques de formulation présentées précédemment consistent à favoriser l'imprégnation du soluté dans l'aliment, limitant de ce fait le phénomène de déshydratation, surtout lorsque la concentration en sel, le principal soluté, est inférieure à 250 g/l (Reay, 1936 ; Slabyj *et al.*, 1987 ; Deng, 1977). Aussi, un séchage complémentaire, le plus souvent réalisé par voie thermique et/ou mécanique, est-il indispensable afin d'améliorer la stabilité du produit final. Cette dernière opération présente un certain nombre d'inconvénients, surtout dans le cas de produits transformés à froid :

- elle se déroule à une température de 15 à 40 °C, ce qui nuit à la qualité microbiologique, organoleptique (oxydation des lipides) et nutritionnelle (perte des vitamines) des produits (Del Campo et Cutting, 1956 ; Omolosh, 1982 ; Sainclivier, 1985),

- elle est difficilement contrôlable et aboutit à des produits peu uniformes, du fait de la variabilité des conditions de température, vitesse d'air et humidité au sein du séchoir (Sainclivier, 1985),
- elle induit une forte hétérogénéité de la distribution du sel, qui, migrant avec l'eau pendant le séchage, se trouve concentré à la surface du produit (Varnam et Sutherland, 1995),
- son coût énergétique est élevé (Sainclivier, 1985 ; Collignan *et al.*, 1992-a).

I.2.3. La DII appliquée aux produits carnés

I.2.3.1. Principe et applications

Le séquençage des opérations de salage et de séchage peut être évité en utilisant une seule opération de Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII), également appelée déshydratation osmotique. En effet, pour les produits alimentaires solides, l'élimination d'eau peut être réalisée par différence de concentration. Cette technique consiste à mettre l'aliment entier ou découpé en morceaux en contact avec une solution fortement concentrée en solutés (Ponting *et al.*, 1966 ; Ponting, 1973 ; Le Maguer, 1988 ; Raoult-Wack *et al.*, 1992 ; Torreggiani, 1993 ; Raoult-Wack, 1994 ; Spiess et Behsmilian, 1998). Au cours de cette opération, il se produit des transferts de matière croisés et interactifs (figure I.5) :

- une sortie d'eau du produit vers la solution,
- une entrée des solutés de la solution vers le produit,
- une fuite des solutés propres du produit vers la solution.

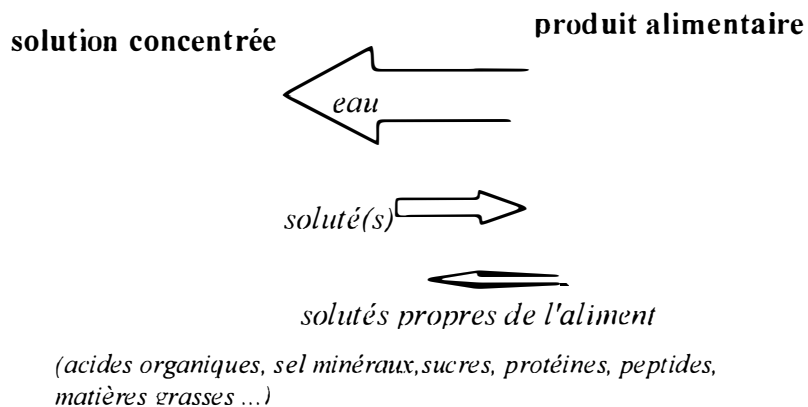


Figure I.5. Transferts de matière entre la solution et le produit
(d'après Raoult-Wack, 1994)

La DII a été tout d'abord appliquée aux fruits, comme la pomme (Saurel *et al.*, 1994-a), la poire (Garrotte *et al.*, 1992), l'abricot et la pêche (Forni *et al.*, 1986), le raisin (Moutonet *et al.*, 1991), la fraise (Garrote et Bertone, 1989), la cerise (Torreggiani *et al.*, 1987), l'airelle (Kim et Toledo, 1987), la tomate (Guilbert *et al.*, 1990), la banane (Bongirwar et Sreenivasan, 1987), l'ananas (Rahman et Lamb, 1990), la goyave (Lerici *et al.*, 1985), la

mangue (Wolti *et al.*, 1995), la papaye (Heng *et al.*, 1990), le kiwi (Vial *et al.*, 1990), la noix de coco (Rastogi et Raghavarao, 1994), et aux légumes, comme la carotte (Lenart et Lewicki, 1990), la pomme de terre (Lenart et Flink, 1984-a), le piment (Abambounou *et al.*, 1983) ou l'oignon (Jackson et Mohamed, 1971).

Depuis quelques années, la nature purement osmotique des transferts de matière a été remise en cause par différents travaux menés sur des gels (Raoult-Wack *et al.*, 1991 a-b-c), ou sur des tissus dont les membranes ont été préalablement passivées par des prétraitements (Saurel *et al.*, 1994 a-b). En effet, la présence d'une membrane semi-perméable n'est pas une condition nécessaire pour l'obtention de fortes pertes en eau et d'un faible gain en solutés, les phénomènes croisés et interactifs impliqués étant de nature essentiellement diffusive, même s'ils sont accompagnés localement de phénomènes osmotiques. Le phénomène d'osmose observé, qui se traduit par une plasmolyse dans le cas des tissus végétaux (Saurel *et al.*, 1994a), n'interviendrait que pour extraire l'eau des cellules, en s'opposant à la résistance des membranes vis-à-vis des transferts d'eau. L'importance relative de la perte en eau devant le gain en soluté peut se justifier par le fait que la diffusivité de l'eau dans le produit est supérieure à celle du soluté (Geurts *et al.*, 1974 ; Raoult-Wack *et al.*, 1992). C'est pourquoi la dénomination de «Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII)» est plus rigoureuse que l'ancienne appellation de «déshydratation osmotique».

Depuis peu, des essais d'application de la DII aux produits d'origine animale, comme les viandes de bœuf⁶¹, de daim (Deumier *et al.*, 1996-a) ou de porc, de poulet et de lapin (Muguruma *et al.*, 1987) et les produits de la mer, comme le cabillaud (Collignan et Raoult-Wack, 1994 ; Collignan *et al.*, 1992-a), la truite (Collignan *et al.*, 1992-a), le thon (Arakawa *et al.*, 1987), le requin (Mujaffar et Sankat, 1998), le tilapia (Medina-Vivanco *et al.*, 1998), le saumon, l'espadon, la crevette ou les huîtres (Camirand *et al.*, 1968), ont été menés. Le procédé de DII appliqué aux produits d'origine animale peut être mis en œuvre dans deux optiques différentes :

- une simple déshydratation du produit
- une déshydratation et une formulation simultanés de l'aliment

Dans le premier cas, l'aliment doit être protégé contre l'imprégnation en soluté. Ainsi, l'enrobage préalable du produit à l'aide d'un film comestible (Camirand *et al.*, 1968), ou encore l'utilisation de feuilles de déshydratation (Muguruma *et al.*, 1987), qui ne laissent passer que l'eau permettent d'aboutir à une forte déshydratation, avec peu ou pas d'imprégnation en soluté. Dans le second cas, l'utilisation de solutions mixtes sel/glycérol (Favetto *et al.*, 1981-a, b ; Reyes-Cano *et al.*, 1995), sel/saccharose (Collignan et Raoult-Wack, 1992, 1994), ou sel/sirop de glucose (Collignan et Raoult-Wack, 1992, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996-a) a été envisagée.

I.2.3.2. Principales variables de contrôle

Etat du produit

La grande variabilité observée dans le comportement des produits d'origine végétale au cours d'un traitement de DII est généralement attribuée aux différentes propriétés

⁶¹ Camirand *et al.*, 1968 ; Favetto *et al.*, 1981-a, 1981-b ; Arakawa *et al.*, 1987 ; Chu *et al.*, 1987 ; Muguruma *et al.*, 1987 ; Collignan et Raoult-Wack, 1992-a ; Reyes-Cano *et al.*, 1995

tissulaires, parmi lesquelles la compacité des tissus (Giangiacomo *et al.*, 1987), l'importance relative des espaces intra et extra cellulaires (Hawkes et Flink, 1978 ; Dalla Rosa *et al.*, 1982 ; Lozano *et al.*, 1983 ; Yao et Le Maguer 1996), la présence de gaz occlus (Lozano *et al.*, 1983 ; Del Valle *et al.*, 1998), la porosité (Lazarides *et al.*, 1997), le taux de gélification des substances pectiques (Moy *et al.*, 1978) et la teneur initiale en matières insolubles (Lenart et Flink, 1984-a). En outre, l'état et l'évolution physiologique des tissus affectent la dynamique des transports d'eau et de solutés.

En revanche, aucun travail à l'échelle de la cellule n'a été entrepris jusqu'ici pour identifier les voies de transport d'eau et de solutés au sein des tissus animaux. Plusieurs auteurs ont indiqué néanmoins que le transport de sel dans des tissus animaux semble devoir être relié à l'importance de la phase lipidique en surface et au sein des tissus⁶², à l'évolution *post mortem* du tissu avant traitement et à son état de fraîcheur (Del Valle et Nickerson, 1967-a-b, 1968 ; Dussap et Gros, 1980 ; Sainclivier, 1985 ; Kent, 1985). La mise en œuvre de prétraitements thermiques, chimiques ou enzymatiques, favorise les entrées de solutés aux dépens de la perte en eau (Ponting, 1973 ; Dussap et Gros, 1980 ; Djelveh, 1990 ; Saurel *et al.*, 1994-a-b).

Mode mise en contact des phases

La mise en contact entre le produit à traiter et la solution peut être réalisée de quatre façons différentes :

- Par immersion de l'aliment, éventuellement enrobé d'une membrane alimentaire, de type pectates, gluten/glycérol ou gliadines/glycérol par exemple (Camirand *et al.*, 1968), dans la solution.
- Par douchage du produit à l'aide de la solution concentrée (Marouzé *et al.*, 1994 ; Qi *et al.*, 1998),
- Par mise en contact de l'aliment avec un mélange de cristaux (traitement à sec) (Collignan *et al.*, 1992-b),
- Par mise en contact de l'aliment avec une feuille de déshydratation, constituée d'une membrane semi-perméable renfermant un mélange composé d'un agent osmotique (sucre, sirop, sorbitol...), d'un agent rétenteur d'eau (sels ou esters d'acide acrylique...) et d'un alcool hydrophile (propylène glycol, glycérol...) (Arakawa *et al.*, 1987 ; Chu *et al.*, 1987 ; Mugurama *et al.*, 1987)

Composition et concentration de la solution

La différence de concentration en soluté entre le produit à traiter et la solution est le moteur des transports en DII. Soulignons dès à présent, que le choix du ou des soluté(s) ne peut pas se décider uniquement en fonction de son pouvoir dépresseur de l'activité de l'eau, ou de son potentiel chimique. En effet, la mise en œuvre de solutés de masses molaires élevées, comme les hydrolysats d'amidon de faible dextrose équivalent, qui sont très faiblement dépresseurs d'activité de l'eau, permet d'obtenir des niveaux de déshydratation élevés (Collignan et Raoult-Wack, 1992, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996).

⁶² Wistreich *et al.*, 1959 ; Wood 1966 ; Jason, 1965 ; Jason et Peters, 1973 ; Bohuon, 1995

Une augmentation de la différence initiale de concentration entre le produit à traiter et la solution augmente la perte en eau du produit au cours du traitement (Hawkes et Flink, 1978 ; Lenart et Flink, 1984-a). Néanmoins, dans le cas des solutés non électrolytiques, il existe une concentration seuil (entre 50 et 65%), au-delà de laquelle, une élévation de la concentration, n'augmente plus les pertes en eau et diminue les gains en soluté (Ponting *et al.*, 1966 ; Raoult-Wack *et al.* 1991-a). Des travaux réalisés sur gel d'agar traité avec des solutions de saccharose montrent que le gain en soluté augmente lorsque la concentration de la solution varie de 20% à 50%, mais au-delà il diminue pour des solutions à 60 et 67%, devenant inférieur au niveau obtenu avec une solution à 50% (Raoult-Wack *et al.* 1991-a). Une diminution du gain en solutés est constatée, en utilisant des solutions modèles de polyéthylène glycol (PEG 10000 et 20000) lorsque la concentration augmente (de 20 à 60%).

La composition des solutions mises en œuvre en DII est un facteur clé du procédé. Les solutions sont préparées à partir de solutés cristallins solubles ou de solvants miscibles à l'eau, utilisés seuls ou en mélange. Les constituants doivent être assurément dépourvus de toute toxicité, bon marché, et présenter une solubilité suffisamment élevée pour obtenir des solutions fortement concentrées, sans pour autant développer de trop fortes viscosités. Un compromis entre la composition et la viscosité de la solution doit être envisagé. Par ailleurs, ces solutions doivent être compatibles avec les caractéristiques physico-chimiques (pH, structure, etc ...), nutritionnelles et organoleptiques (flaveur, texture, couleur, etc ...) de l'aliment.

Dans le cas des fruits, les solutions aqueuses binaires de saccharose (Ponting *et al.*, 1966) sont les plus largement employées. Pour les produits carnés, ce sont des solutions préparées avec du NaCl. Dans ce dernier cas, l'intérêt de solutions ternaires (sucres et NaCl) ou plus complexes a été mis en évidence expérimentalement (Collignan et Raoult-Wack, 1992, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996).

Utiliser différents solutés en mélange permet de jouer sur la masse molaire des solutés, de tirer parti de l'effet respectif de chaque soluté mais aussi de développer des interactions spécifiques (soluté/soluté et soluté/aliment) susceptibles de procurer un degré de liberté supplémentaire pour la conduite du procédé. Dans le cas des solutions ternaires sucrées-salées, des effets fortement antagonistes sur le gain en solutés du produit traité ont été identifiés. L'imprégnation en sel est en particulier limitée par la présence du sucre. Cet effet «barrière» du sucre sur la pénétration du sel a été mis en évidence sur des produits d'origine animale (Favetto *et al.*, 1981 ; Collignan et Raoult-Wack, 1992 ; Collignan et Raoult-Wack, 1992, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996 ; Bohuon *et al.*, 1998). Il serait dû à la formation dans l'aliment d'une couche périphérique fortement concentrée en sucre. La présence de sucre dans cette couche diminuerait fortement le coefficient de diffusion du NaCl (Bohuon *et al.*, 1998). Cette diminution serait essentiellement due au développement d'une forte viscosité en solution ternaire. Bohuon *et al.*, (1997) constatent le développement de fortes interactions NaCl/saccharose qui augmentent significativement la viscosité de tel mélange. Sur le plan technologique, les mélanges sucre-sel évitent un trop fort salage du produit final, défavorable d'un point de vue organoleptique, tout en procurant des niveaux de déshydratation élevés. Dans le même ordre d'idées, Emam-Djomeh *et al.* (1996) montrent que l'ajout d'un agent épaississant dans une solution ternaire maintient la perte en eau tout en limitant le gain en sel. L'optimisation de ces effets antagonistes du sucre sur le sel a permis d'obtenir par DII, des produits carnés présentant des caractéristiques (teneurs finales en eau et sel) identiques à celles obtenues par des procédés actuels de salaison (Collignan *et al.*, 1992-b ; Deumier *et al.*, 1996).

Enfin, utiliser différents solutés en mélange permet de jouer sur la variable concentration dans un intervalle plus large. Par exemple, l'association de saccharose et de NaCl dans une même solution à 20°C permet par rapport à une solution binaire (eau/NaCl) saturée à 26% (p/p), de repousser les limites de saturation de la solution jusqu'à une concentration totale de 75% (p/p) et donc de créer un potentiel de transfert favorable à un traitement rapide et à un niveau de déshydratation élevé

Durée de traitement

Les cinétiques de transferts de matière peuvent se décomposer en deux phases : durant une première phase, l'essentiel des transferts d'eau et de solutés s'opèrent. Puis, dans une seconde phase, l'intensité des échanges diminue fortement pour les transferts d'eau alors que les entrées en solutés continuent à augmenter régulièrement. La durée de la première phase peut varier de 3 heures à 2 jours pour des produits carnés selon la taille et les caractéristiques du produit fini souhaité (Collignan et Raoult-Wack, 1992, Deumier *et al.*, 1996 ; Deumier *et al.*, 1997).

La température

Pour les viandes et les poissons traités en solutions mixtes sel-sucre entre 0 et 40°C, l'augmentation de la température accroît très faiblement les transferts d'eau et de solutés (Collignan et Raoult-Wack, 1994). En revanche, elle active les mécanismes d'autolyse (Sainclivier, 1983). Ainsi, pour des raisons de conservation et de qualité hygiénique du produit fini, les températures les plus couramment utilisées pour les produits d'origine animale ne dépassent-elles pas 15°C.

L'agitation

Par rapport à une immersion en mode statique, l'agitation accélère le transfert d'eau, mais ralentit le transfert des sucres ce qui est expliqué par l'existence d'une couche limite diluée autour de l'aliment (Bohuon *et al.*, 1998). Le renouvellement de la solution concentrée au voisinage de l'aliment favoriserait le transfert d'eau et cette augmentation freinerait la pénétration du soluté (Dalla Rosa *et al.*, 1982 ; Yao et Le Maguer, 1996 ; Bohuon *et al.*, 1998). En revanche, au cours du traitement de fromage en solution binaire eau-sel, l'agitation favorise à la fois les transferts d'eau et de soluté (Harfouch *et al.*, 1990). Cependant, Bohuon *et al.*, (1998) ne constatent aucun effet significatif de l'agitation sur les transferts de sel. Il est vraisemblable, que la compétition entre le flux de soluté entrant et le flux d'eau sortant soit liée à la taille moléculaire du soluté (Yao et Le Maguer, 1996 ; Bohuon *et al.*, 1998).

L'agitation peut être réalisée par brassage hydraulique, seul (Marouzé *et al.*, 1992) ou combiné à une agitation mécanique (Giroux *et al.*, 1992), par mise en mouvement vertical dans la solution d'une nacelle contenant les produits (Deumier *et al.*, 1997) ou par douchage (Marouzé *et al.*, 1996 ; Qi *et al.*, 1998). L'émission d'ultrasons (20-200 kHz) dans la solution se traduit par des phénomènes de cavitation et de dégazage, perturbant le milieu et créant une agitation (Boistier-Marquis *et al.*, 1999). Cette méthode améliore les transferts de matière d'autant plus que la solution est moins concentrée (Hanhua, 1994), y compris par rapport à

une simple agitation mécanique (Simal *et al.*, 1998). En saumurage de fromages sous ultrasons, Sanchez *et al.* (1999) estiment que le coefficient de diffusion apparent du sel vaut $0,8.10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ à 5°C , contre $0,29-0,37.10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ à 4°C sans ultrasons selon Turhan (1996). A 20°C , il atteindrait $1,2.10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$, contre $0,39-0,51.10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ selon Turhan (1996). Enfin, des traitements de DII effectués dans une centrifugeuse permettent aussi d'accroître les transferts de matière (Azuara *et al.*, 1996).

I.2.3.3. Contrôle-commande du procédé

Le contrôle-commande des procédés de DII, qui revient à disposer d'un suivi en temps réel des transferts de matière, peut être réalisé soit par application d'un modèle cinétique, soit par suivi indirect des transferts de matière à partir de la solution, soit par suivi direct des transferts de matière sur le produit.

L'utilisation de modèles prédictifs permet d'estimer les transferts de matière subis par un lot de produits traités par DII. Des modèles empiriques (Collignan et Raoult-Wack, 1992 ; 1994), cinétiques (Raoult-Wack *et al.*, 1994), et des réseaux de neurones (Trelea *et al.*, 1997) ont ainsi été proposés. Le suivi indirect des transferts de matière sur la solution est réalisé à partir de mesures de certains paramètres physico-chimiques de la solution. Ainsi, la perte en eau de pommes traitées en solution binaire eau/saccharose peut être déduite de la conductivité électrique de la solution, ces deux grandeurs étant proportionnelles. De même, le gain en sucre peut être estimé à partir du suivi de la masse volumique de la solution et de la perte en eau estimée (Giroux, 1992). Afin de suivre directement les transferts de matière sur le produit, Deumier *et al.* (1997) proposent de suivre en continu la résultante poids-poussée d'Archimède - ou poids apparent - d'un lot de harengs immergés dans une solution binaire eau/sel. La perte en eau et le gain en sel subis par le lot de produits étant proportionnels au gain en poids apparent du lot immergé, ils peuvent être estimés en continu par cette méthode.

I.2.3.4. Gestion des solutions concentrées

Les solutions utilisées en DII sont à la fois complexes, polluantes et coûteuses. Aussi, leur régénération est-elle un facteur indispensable à l'industrialisation. La régénération des solutions concentrées doit permettre d'éliminer les composés et les micro-organismes transférés des produits traités à la solution pendant l'opération de DII. Dans le cas des produits animaux, ces composés peuvent être des fragments de produit (Pedersen, 1992), des composés insolubles (Ferng et Chiou, 1993), des protéines (Kroll et Peters, 1987 ; Bailey, 1992), des lipides (Paulson *et al.*, 1984), des acides aminés libres (Welsh et Zall, 1984), des acides (Welsh et Zall, 1984), de l'azote non protéique (Pedersen, 1992), des sels minéraux (Terré *et al.*, 1985) ou du sang (Sainclivier, 1985). Les contaminants biologiques peuvent être des bactéries halophiles⁶³, des bactéries halotolérantes⁶⁴, en particulier *Listeria monocytogenes* (Barnier *et al.* 1988), *Staphylococcus aureus* ou *Salmonella sp.* (Centeleghe *et al.*, 1971), des bactéries à l'état sporulé (Centeleghe *et al.*, 1971), des levures halotolérantes⁶⁵, des levures osmophiles, des moisissures, des flagellés et des algues (Ingram, 1957). Les contaminants biologiques des solutions concentrées peuvent provenir de la surface des

⁶³ Horner, 1992 ; Centeleghe *et al.*, 1971 ; Simidu *et al.*, 1969 ; Hinrichsen et Andersen, 1992 ; Sanderson *et al.*, 1988 ; Butiaux, 1963 ; Ingram, 1957

⁶⁴ Hinrichsen, 1993 ; Hinrichsen et Andersen, 1992 ; Leistner, 1958-a

⁶⁵ Seiler et Busse, 1990 ; Ingram, 1957 ; Horner, 1992

produits immergés (Gardner, 1980 ; Magnusson et Möller, 1985), de l'air de la salle de saumurage (Ingram *et al.*, 1958), des opérateurs (Leistner, 1958-c) et du matériel utilisé (Jespersen et Riemann, 1958). Leur présence dans la solution peut se traduire par l'altération de certains composés du produit et/ou de la solution⁶⁶ ou par la contamination des produits transformés et leur toxicité éventuelle⁶⁷.

Afin d'éliminer ces composés et ces micro-organismes, des techniques de flottation (Sakov ; 1981), centrifugation (Taylor, 1940), filtration, notamment sur membranes de microfiltration⁶⁸ ou d'ultrafiltration⁶⁹, ou sur terres de diatomées⁷⁰, sont mises en jeu. Elles peuvent être précédées éventuellement d'une coagulation par voie thermique⁷¹, donc également stérilisatrice, ou par voie acide⁷², d'une floculation⁷³ ou d'une adsorption sur charbon actif (Welsh et Zall, 1984). Enfin, l'adjonction directe dans la saumure d'agents antimicrobiens comme les sorbates (Magnusson et Möller, 1985) ou l'exposition aux UV (Mawson, 1997) peut être envisagée.

Dans le cas de solutions induisant une forte perte en eau des produits, la solution peut être fortement diluée. Il convient donc de réajuster sa concentration en mettant en œuvre des techniques d'évaporation (Ponting, 1973 ; Bolin *et al.*, 1983 ; Valdez-Fragoso, 1998).

Dans le cas de solutions ternaires eau/sel/sirop de glucose utilisées pour le salage et le séchage simultanés par DID de filets de hareng à l'échelle industrielle (Marouzé *et al.*, 1996), Deumier *et al.* (1996-b) ont proposé une méthode de régénération de la solution, combinant une coagulation à pH acide, une filtration sur poche (25 et 1 mm en série) ou sur terres de diatomées, un réajustement de pH et un réajustement des concentrations par lecture de la masse volumique, du volume et de la teneur en chlorures de la solution. Ces résultats ont été publiés par Maxime *et al.* (1999).

I.3. Les méthodes permettant d'accélérer les transports de matière

I.3.1. Le malaxage

Ce procédé est conduit dans une cuve fermée, munie d'un système rotatif, qui permet l'application d'une friction mécanique des pièces de viande entre elles et avec les parois (impacts) (Theno *et al.*, 1978-a). Les parois de la cuve peuvent présenter également des aspérités aiguës, afin de favoriser les impacts, au détriment de la friction (Konig, 1980). Les aliments sont emportés vers le haut par le tambour rotatif et retombent lorsque la force de gravité n'est plus compensée par la force centrifuge (Marriott *et al.*, 1992). Les Anglo-saxons distinguent les procédés de *tumbling*, qui favorise les impacts, et de *massaging*, qui favorise la friction (Townsend et Olson, 1987). La conséquence de ce traitement mécanique est une déstructuration du muscle (Theno *et al.*, 1978-b), en particulier au niveau du tissu conjonctif de l'*endomysium* et du sarcolemme et des fibres musculaires (Theno *et al.*, 1978-a ; Velinov

⁶⁶ Magnusson et Möller, 1985 ; Simidu *et al.*, 1967 ; Sainclivier, 1983

⁶⁷ Centeleghe *et al.*, 1971 ; Horner, 1992 ; Barnier *et al.* 1988

⁶⁸ Merin *et al.*, 1983 ; Hart *et al.*, 1988

⁶⁹ Goldberg, 1980 ; Welsh et Zall, 1983 ; Welsh et Zall, 1984 ; Paulson *et al.*, 1984 ; Terré *et al.*, 1985 ; Kroll et Peters, 1987

⁷⁰ Riberolles et Meudec, 1991 ; Riberolles, 1992

⁷¹ Viard et Deveau ; 1972 ; Hood et Zall, 1980

⁷² Jhaveri, 1984 ; Toma et Meyers, 1975

⁷³ Del Valle et Aguilera, 1990 ; Leoni *et al.*, 1981 ; Welsh et Zall, 1979 ; Toma et Meyers, 1975

et al., 1990 ; Marriott *et al.*, 1992 ; Katsaras et Budras, 1993). La déstructuration des tissus est favorisée par la présence de sel et de phosphates (Theno *et al.*, 1978-a).

Le salage peut être réalisé avant malaxage, par injection de saumure au cœur des produits (Krause *et al.*, 1978 ; Ockerman *et al.*, 1978 ; Ockerman et Dowiercial, 1980 ; Ghavimi *et al.*, 1986 ; Plimpton *et al.*, 1991 ; Katsaras et Budras, 1993) ou par saumurage (Siegel *et al.*, 1978-a ; 1978-b ; Theno *et al.*, 1978-a ; 1978-b ; 1978-c), ou alors en simultané, dans le malaxeur, à sec (Leak *et al.*, 1984 ; Marriott *et al.*, 1984 ; Marriott *et al.*, 1987 ; Varnam et Sutherland, 1995) ou en saumure (Solomon *et al.*, 1980). Du fait de la déstructuration du produit malaxé, la pénétration et/ou la diffusion de la saumure dans l'aliment sont accélérées, ce qui conduit à des produits homogènes plus rapidement que dans le cas des procédés traditionnels (Ghavimi *et al.*, 1986 ; Katsaras et Budras, 1993).

La déstructuration des tissus améliore l'extraction des protéines halosolubles du produit, qui contribuent à former un exsudat à la surface du produit (Theno *et al.*, 1978-b ; Velinov *et al.*, 1990). La myosine, l'actine et l'actomyosine sont les principales protéines extraites (Krause *et al.*, 1978 ; Katsaras et Budras, 1993). L'exsudat contient également de l'eau, des matières grasses et des particules insolubles (morceaux de fibres...) (Siegel *et al.*, 1978-a ; Theno *et al.*, 1978-b). Il présente d'excellentes propriétés liantes lorsqu'il est coagulé par un traitement thermique (Krause *et al.*, 1978). Ainsi, des jambons cuits peuvent être élaborés à partir de petits morceaux malaxés et restructurés lors de la cuisson, tout en améliorant le rendement à la cuisson (Babji *et al.*, 1982). Ce procédé est essentiellement utilisé en salaison de viandes et plus rarement de filets de poisson (Zimmerman *et al.*, 1998).

I.3.2. L'utilisation de l'électricité

Cierach et Zywicka (1992) et Budny *et al.* (1996) ont montré que l'application d'un courant électrique à un muscle en cours de saumurage accélère la pénétration du sel et favorise l'homogénéisation du produit, ce qui se traduit par une diminution des temps de traitement.

I.3.3. Utilisation des hautes pressions

Messens *et al.* (1998) ont montré que le saumurage sous haute pression (300 MPa) modifie légèrement les transferts de matière. En effet, les teneurs en sel et en eau finales de fromages de Gouda saumurés sous haute pression sont respectivement supérieures de 13,5 % et de 3,9 % aux teneurs en sel et en eau obtenues après saumurage à pression atmosphérique. Cependant, ces différences restent relativement faibles et peu significatives. Les principaux effets du traitement sous haute pression sur les fromages sont l'obtention d'un pH plus élevé, l'accélération de l'hydrolyse de la β -caséine et la déstructuration des micelles de caséine. L'application des hautes pressions induit également un pH plus élevé et une matière sèche plus importante sur le sérum. Les auteurs émettent l'hypothèse que les hautes pressions se traduisent par une augmentation du pouvoir de rétention d'eau du gel. Les traitements sous haute pression déstructurent également les fibres musculaires des produits carnés (Messens *et al.*, 1997). Cependant, le collagène semble assez peu influencé par ces traitements (Ueno *et al.*, 1999).

I.3.4. Les traitements sous vide

Le traitement sous vide est fréquemment associé au procédé de malaxage, dans le but d'accélérer le salage des produits, en particulier des grosses pièces de viande, comme le jambon et d'augmenter les rendements massiques (annexe 1). Dans la plupart des cas, les pièces de viande sont traitées par injection de saumure à cœur avant d'être soumises à un malaxage sous vide (Konig, 1980). Dans d'autres cas, le produit frais est introduit dans le malaxeur sous vide avec un mélange sec (Marriott *et al.*, 1984 ; 1987) ou une saumure (Solomon *et al.*, 1980). Enfin, certains auteurs proposent un salage sous vide sans malaxage en saumure (Thirorde, 1981 ; Guamis *et al.*, 1997) ou un salage sous vide réalisé par conditionnement des produits en sachets sous vide, avec un mélange au sel sec (Guérin *et al.*, 1985) ou après injection (Andersen et Hinrichsen, 1995). L'expansion des fibres musculaires (dite «effet poumon») lors de la mise sous vide serait responsable de l'accélération de l'imprégnation du produit par la solution (Hermsen, 1979).

L'utilisation de la technologie sous vide a été également proposée dans le cas du salage des caillés (Andres *et al.*, 1997 ; Chiralt et Fito, 1997 ; Guamis *et al.*, 1997). Dans ce cas précis, il apparaît que l'utilisation du vide permet de diminuer considérablement le temps de salage - 2 heures au lieu de 24 - (Andres *et al.*, 1997 ; Chiralt et Fito, 1997). Par rapport aux caillés salés par saumurage simple, les produits obtenus présentent des teneurs en sel moyennes identiques (Andres *et al.*, 1997), mais une répartition plus homogène du sel dans l'ensemble du caillé (Andres *et al.*, 1997 ; Chiralt et Fito, 1997) et une aptitude quasi identique à l'affinage (Chiralt et Fito, 1997 ; Guamis *et al.*, 1997), malgré une teneur en eau plus importante (Guamis *et al.*, 1997).

Dans le même ordre d'idées, la formulation sous vide a été proposée pour la formulation de produits à l'aide d'additifs. Ainsi, pour stabiliser les produits végétaux et ralentir le brunissement enzymatique, Sapers *et al.* (1990) proposent d'immerger sous vide des tranches ou des cubes de pomme et de pomme de terre dans une solution composée d'ascorbate de sodium et de chlorure de calcium avant rétablissement de la pression atmosphérique. Cette première étape est suivie d'un traitement sous haute pression. D'autres études ont montré qu'on pouvait ainsi formuler par immersion sous vide des produits végétaux à l'aide de différents additifs. Ainsi, la texture des fruits peut être améliorée par immersion sous vide dans une solution contenant de la pectine-méthylestérase (Javeri *et al.*, 1991) ou différentes solutions salines, par exemple à base de chlorure de calcium (Ponting et Jackson, 1972 ; Conway et Sams, 1983 ; Poovaiah, 1986 ; Wills et Sirivatanapa, 1988 ; French *et al.*, 1989) ou de nitrate de calcium (McGuire et Kelman, 1984). Le calcium infiltré sous vide permet également de retarder le mûrissement. Un traitement identique à partir de solutions contenant du dioxyde de soufre ou de l'acide ascorbique permet de ralentir les réactions de brunissement enzymatique (Ponting et Jackson, 1972).

Le traitement de produits alimentaires par DII sous vide a été proposé pour le traitement des produits végétaux, étant donné que la stabilité et les qualités organoleptiques des produits obtenus par DII sous vide sont meilleures que celles des produits obtenus par DII sous pression atmosphérique, toutes choses égales par ailleurs (Shi et Fito, 1993 ; Fito *et al.*, 1994-a).

Les premiers essais de DII sous vide ont montré que cette technologie accélère les transferts de matière (Shi et Fito, 1993 ; 1994). La présence de gaz occlus dans les espaces intercellulaires de la structure poreuse du produit traité apparaît comme la cause principale de

la modification des cinétiques de transferts de matière (Fito, 1994). En effet, l'accélération des transferts de matière en DII sous vide est d'autant plus marquée que la porosité du produit est plus importante (Shi et Fito, 1993 ; Shi *et al.*, 1995).

Effet du vide sur la perte en eau

Ainsi, les premiers essais réalisés sur des cubes d'abricots et d'ananas immergés dans une solution à 65 kg de saccharose/100 kg de solution à 40 °C ont montré qu'une pression résiduelle (10 kPa) accélère les cinétiques de perte en eau et de perte de poids (Shi et Fito, 1993 ; 1994 ; Shi *et al.*, 1995). A titre indicatif, la perte en eau subie par des cubes d'abricots de $40 \times 20 \times 10 \text{ mm}^3$ après 2 heures de traitement est d'environ 37 kg/100 kg à pression atmosphérique contre environ 47 kg/100 kg sous vide (Shi et Fito, 1994). Les auteurs supposent que la perte en eau est la conséquence simultanée de transport par diffusion et de phénomènes de capillarité sous vide. Ce second phénomène interviendrait essentiellement en tout début de traitement.

Au niveau de la structure intime du produit, les gaz occlus subissent une détente au moment de la mise sous vide. Cette détente se traduit par leur expulsion des espaces intercellulaires du produit. Si l'intégralité des gaz est ainsi éliminée, l'effet des forces de capillarité disparaît (Shi et Fito, 1994).

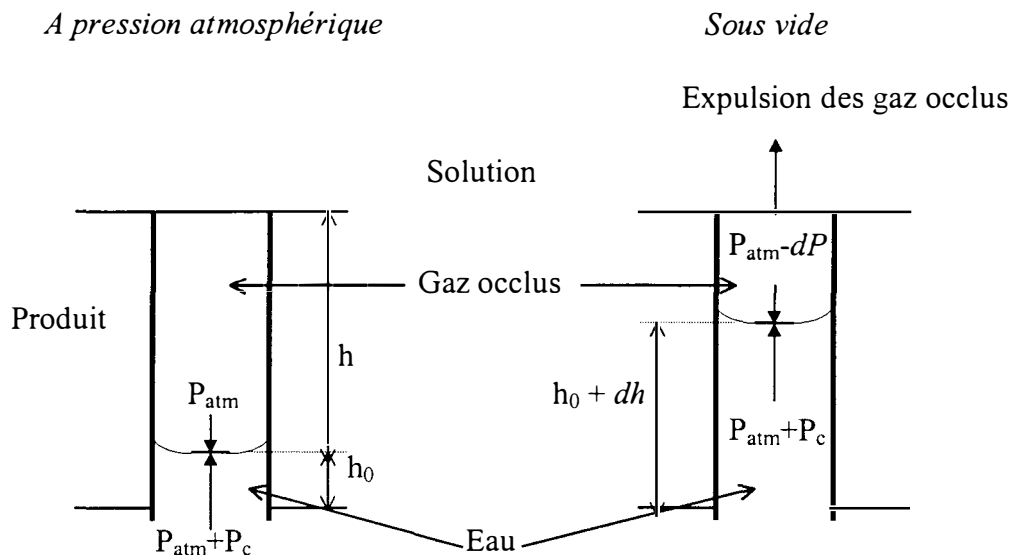


Figure I.6. Effet de la pression capillaire sur l'extraction de l'eau du produit, sous pression atmosphérique et sous vide (d'après Shi et Fito, 1994)

Cependant, dès que le produit est immergé, l'action des forces capillaires est négligeable devant les forces d'adhésion entre les parties externes des pores et la solution concentrée. Lorsque le système est mis sous vide, l'expulsion des gaz augmente artificiellement les forces de capillarité (figure I.6). La perte en eau consécutive à la combinaison du vide et des forces de capillarité (PE_{v+c}) peut s'exprimer par :

$$PE_{v+p} = \rho_w V(\varepsilon_0 - \varepsilon_t) \quad \text{Eqn I.1.}$$

Où ε_0 , ε_t , V et ρ_w sont respectivement la porosité apparente à l'instant initial, la porosité apparente à l'instant t le volume de produit (m^3) et la masse volumique de l'eau (kg/m^3)

Le rapport entre la quantité d'eau extraite par capillarité et effet du vide rapportée à la quantité d'eau initiale pour des cubes d'abricot ($20 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$) dans une solution à 65 kg de saccharose/100 kg de solution varie entre 1,9 % (15 minutes) et 6,6 % (60 minutes) à 30 °C et entre 2,1 % (15 minutes) et 6,4 % (60 minutes) à 40 °C (Shi et Fito, 1994). Enfin, Shi *et al.* (1995) émettent l'hypothèse que la mise sous vide de la solution favorise la diffusion des molécules d'eau.

Effet sur le gain en solutés

Les premiers essais d'immersion de cubes d'abricots et d'ananas dans une solution à 65 kg de saccharose/100 kg de solution à 40 °C ont montré que les cinétiques de gain en saccharose ne sont pas influencées par le vide (Shi et Fito, 1993 ; 1994 ; Shi *et al.*, 1995), ou alors très peu, le vide accélérant très légèrement l'imprégnation (Fito *et al.*, 1994-a). Certains auteurs attribuent le gain en solutés presque uniquement aux phénomènes hydrodynamiques, qui permettent de remplacer les gaz occlus par la solution concentrée dans les espaces intercellulaires (Shi *et al.*, 1995).

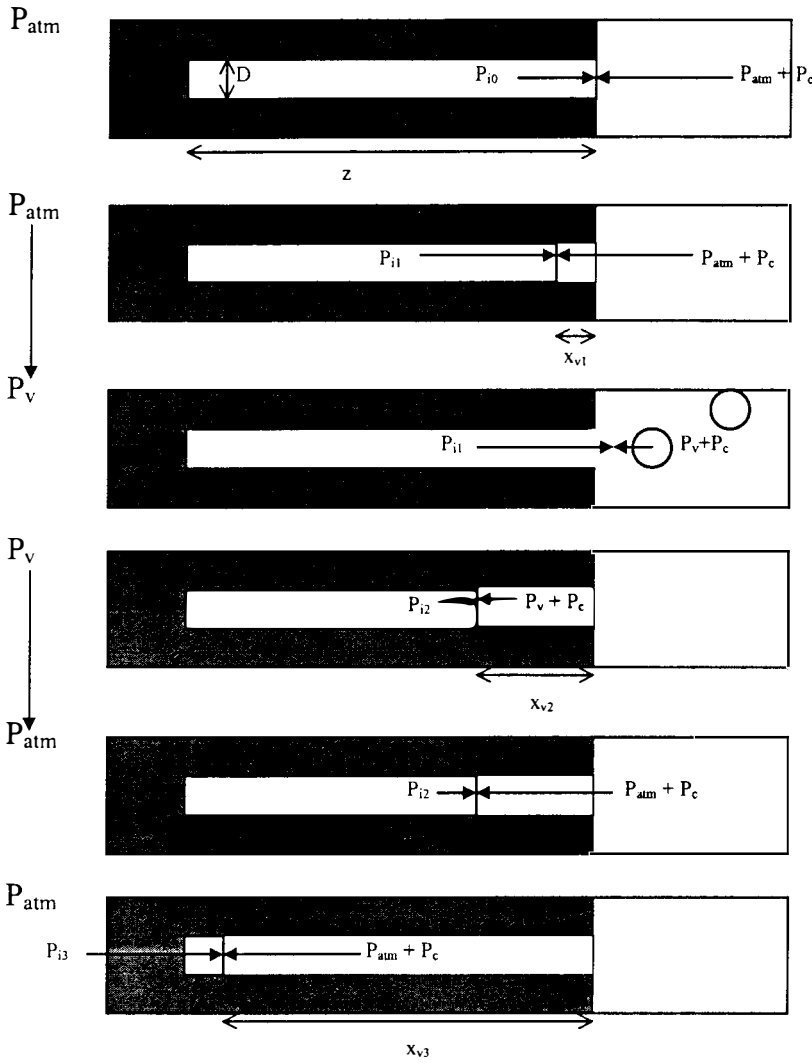
En plus des mécanismes de diffusion observés au cours du procédé de DII sous pression atmosphérique, la substitution des gaz occlus par la solution n'est réalisée que très lentement, par capillarité. Par contre, le traitement sous vide combine ces forces de capillarité à la différence de pression, pour expulser, par un phénomène d'expansion, les gaz de la structure du produit et pour les remplacer par la solution concentrée (Fito, 1994 ; Shi et Fito, 1994). Si les pores sont partiellement remplis de liquides natifs, ces derniers sont également expulsés (Fito, 1994 ; Fito *et al.*, 1994-a). Les phénomènes non diffusifs intervenant lors des transferts de matière sont appelés mécanismes hydrodynamiques (Fito et Pastor, 1994) et peuvent être schématisés par la figure I.7 et modélisés de la façon suivante (Fito, 1994 ; Fito et Pastor, 1994) :

La pénétration de la solution dans un pore est donnée par l'équation

$$-\Delta P + \frac{32 \mu z^2}{D^2} x_v \frac{dx_v}{dt} = 0 \quad \text{Eqn I.2.}$$

Où x_v , D , z , P , μ et T sont respectivement la fraction volumique de pore occupé par la solution (m^3/m^3), le diamètre du pore (m), la longueur du pore (m), la pression (Pa), la viscosité de la solution (Pa.s) et le temps (s).

Pression



Force motrice

$$t=0 \quad (P_{i0} < P_{atm} + P_c)$$

$$\text{Equilibre } (P_{i1} = P_{atm} + P_c)$$

$$\text{Expansion } (P_{i1} > P_v + P_c)$$

$$\text{Equilibre } (P_{i2} = P_v + P_c)$$

$$\text{Compression } (P_{i2} < P_{atm} + P_c)$$

$$\text{Equilibre } (P_{i3} = P_{atm} + P_c)$$

Figure I.7. Les étapes d'équilibre successives des mécanismes hydrodynamiques entre un pore d'un aliment poreux et la solution dans laquelle il est immergé (d'après Fito, 1994)

Légende :

- Produit
- Solution
- Gaz occlus dans un pore

En considérant que la compression est isotherme, on peut écrire d'après la loi des gaz parfaits :

$$-\Delta P = P_e - \frac{P_{i0}}{1 - x_v} \quad \text{Eqn I.3.}$$

Où P_{i0} et P_e sont respectivement la pression initiale du gaz occlus dans le pore (Pa) et la pression externe (Pa), cette dernière étant la somme de la pression extérieure (P_{ex}) et

de la pression capillaire (P_c). La combinaison des équations I.11 et I.12 aboutit à l'équilibre à :

$$x_v = 1 - \frac{1}{r} \quad \text{Eqn I.4.}$$

Avec r , le facteur de compression tel que :

$$r = \frac{P_e}{P_{i0}} \approx \frac{P_{ex}}{P_{i0}} \quad \text{Eqn I.5.}$$

$$\text{Etant donné que, par définition, } X = \varepsilon x_v \quad \text{Eqn I.6.}$$

Où ε est la porosité apparente du produit.

$$\text{On en déduit que } X = \varepsilon \left(1 - \frac{1}{r}\right) \quad \text{Eqn I.7.}$$

Lors du rétablissement de la pression atmosphérique, P_1 correspond à la pression de fonctionnement sous vide partiel et P_2 à la pression atmosphérique. A titre d'exemple, les valeurs de x_{v1} , x_{v2} et x_{v3} de la figure, sont respectivement égales à 0,018, à 0,15 et à 0,9 dans le cas de pommes (Fito, 1994). Dans le cas d'un caillé traité par saumurage sous vide, Andres *et al.* (1997) estiment que, sur 1,2 g de sel pour 100 g de caillé salé, la contribution des phénomènes hydrodynamiques intervient directement pour 42 % du sel, soit 0,5 g.

Influence de la déformabilité du produit

Certains produits se déforment lorsqu'ils sont soumis à une variation de pression. Ainsi, lorsqu'un produit déformable est mis sous vide, le volume de ses pores augmente sous l'effet de la pression interne liée à la présence de gaz occlus, jusqu'à ce que l'équilibre entre la pression interne et la pression externe du pore soit atteint. Lorsque la pression atmosphérique est restaurée, le volume des mêmes pores diminue. Ce phénomène de déformation-relaxation intervient donc significativement dans les mécanismes hydrodynamiques (Fito *et al.*, 1996). En effet, Fito *et al.* (1996) ont pu montrer que les phénomènes de déformation-relaxation se traduisent par l'apparition d'une constante dans le modèle présenté précédemment. Aussi, l'équation I.7 devient-elle :

$$X = \varepsilon \left(1 - \frac{1}{r}\right) + \gamma \quad \text{Eqn I.8.}$$

D'autre part, Del Valle *et al.* (1998) font remarquer que le vide sépare les cellules, ce qui se traduit par une augmentation des espaces intercellulaires et donc par une augmentation de la porosité apparente proportionnelle à $\left(1 - \frac{1}{r}\right)$. Aussi, l'équation I.7 devient-elle:

$$X = \varepsilon_0 \left(1 - \frac{1}{r}\right) + \beta \left(1 - \frac{1}{r}\right)^2 \quad \text{Eqn I.9.}$$

En plus de l'effet lié à la pression, la rétraction du produit en cours de déshydratation est susceptible de réduire le volume des pores et de limiter les phénomènes hydrodynamiques (Fito *et al.*, 1994-b ; Fito *et al.*, 1995 ; Shi *et al.*, 1995). L'ensemble de ces phénomènes de déformation peut se traduire par des différences de profil de déshydratation et/ou imprégnation au cœur du produit, avant que l'équilibre de répartition de l'eau et des solutés soit atteint dans l'ensemble du produit (Andres *et al.*, 1997 ; Chiralt et Fito, 1997).

Utilisation du vide pulsé

L'expulsion des gaz occlus étant rapidement réalisée, Fito *et al.* (1994-a) proposent d'alterner de brèves phases de DII sous vide avec des phases plus longues de DII à pression atmosphérique, afin d'optimiser l'effet du vide sur les transferts de matière, tout en limitant le coût de l'opération. En effet, lorsque le produit est remis à pression atmosphérique, la solution pénètre massivement ses pores (figure I.7), ce qui a pour conséquence par la suite d'augmenter la surface de contact entre le produit et la solution et d'accélérer ainsi les transferts de matière (Fito, 1994 ; Fito *et al.*, 1994-b ; Shi *et al.*, 1995). Cependant, si la remise à pression atmosphérique est réalisée trop tard, la rétraction de la matrice consécutive à la déshydratation du produit limite les phénomènes hydrodynamiques (Fito *et al.*, 1994-b ; Fito *et al.*, 1995). Le nombre de cycles vide-pression atmosphérique influence favorablement la perte en eau et la perte de poids des produits traités (Castro *et al.*, 1997).

Bilan des mécanismes de transport

La conséquence directe de la pénétration de la solution dans les pores du produit est une augmentation de la surface de contact entre le produit et la solution. Les essais réalisés ont bien montré que le vide augmentait les transferts de matière. Trois mécanismes principaux participent aux transferts de matière lors d'un traitement de DII sous vide :

- Les transferts de matière entre la surface du produit et la solution exogène.
- L'incorporation directe de solution dans les pores de l'aliment
- Les transferts de matière entre la surface interne des pores de l'aliment et la solution incluse dans les pores par les mécanismes hydrodynamiques

Notons que les effets du vide pulsé observés sur différents produits peuvent sembler contradictoires. En effet, le vide pulsé semble favoriser la perte en eau et ne pas avoir d'effet sur le gain en soluté dans le cas de produits végétaux immergés à 40 °C dans des solutions sucrées très concentrées (65 kg de sucre/100 kg de solution). Par ailleurs, l'immersion sous vide pulsé à 10 °C de produits comme le fromage en saumure salée (26 kg de sel/100 kg de solution) se traduit par un gain en sel plus important. Si le modèle proposé par Fito est adapté, le vide pulsé induit une pénétration de la solution dans le produit. Dans le cas des fruits, une solution pauvre en eau (35 kg d'eau/100 kg de solution) infiltre le produit alors que dans le cas viande ou de poisson, la solution saturée en sel imprégnant le produit est très riche en eau (74 kg d'eau/100 kg de solution). Enfin, les produits végétaux ont une teneur en eau plus forte que les produits animaux. Le tableau I.5 présente une évaluation

comparative des mécanismes hydrodynamiques observés en DII sous vide pulsé de viande en saumure saturée en sel et de fruit en solution à 65 kg de saccharose/100 kg de solution. On peut ainsi constater que si les mécanismes hydrodynamiques induisent un gain en soluté, ils peuvent induire soit une perte en eau, soit un gain en eau, en fonction des compositions de la solution et du produit traité. Cette remarque permet de comprendre *a posteriori* pourquoi les premiers essais de DII sous vide ont conduit à constater une augmentation de la perte en eau. Ces premiers résultats ne sont pas incompatibles avec le modèle d'imprégnation dans une structure poreuse proposé par Fito.

Tableau I.5. Comparaison des conséquences théoriques des mécanismes hydrodynamiques sur les transferts de matière en confisage de fruit et en saumurage de viande. Les phénomènes diffusifs sont négligés.

	Produit	Solution	Produit infiltré (hors diffusion)	Transferts
Fruit				
Eau (%)	87	35	89,8	$PE = 2,8$
Sucre (%)	12	65	17,2	$GSu = 5,2$
Autres (%)	1	0	1	-
Porosité (%)	8	-	0	-
Viande				
Eau (%)	74	74	77,7	$PE = - 3,7$
Sel (%)	0	26	1,3	$GSt = 1,3$
Autres (%)	26	0	26	-
Porosité (%)	5	-	-	-

Plusieurs études ont été réalisées afin de déterminer les influences respectives de ces trois types de mécanismes sur les transferts de matière (Rastogi et Raghavarao, 1996 ; Barat *et al.*, 1997). Ainsi, Rastogi et Raghavarao (1996) proposent de suivre les différences de pression osmotique entre le produit et la solution. Le modèle proposé permet d'exprimer la variation théorique de la pression capillaire entre le produit et la solution en fonction du temps. La construction théorique de ces modèles cinétiques à pression atmosphérique et sous vide permet de mettre en évidence l'effet spécifique du vide sur la différence de pression capillaire, ce qui peut être exprimé par l'équation .

$$\frac{\pi_v - \pi_e}{\pi - \pi_e} = e^{-(K'a' - Ka)t} \quad \text{Eqn I.10.}$$

Avec :

- π la pression osmotique à l'instant t
- π_v la pression osmotique sous vide
- π_e la pression osmotique à l'équilibre
- Ka le coefficient global de transfert de l'eau à pression atmosphérique⁷⁴
- $K'a'$ le coefficient global de transfert de l'eau sous vide

⁷⁴ Rastogi et Raghavarao (1996) appellent abusivement «coefficients de transfert» les paramètres Ka et $K'a'$. En effet, ces coefficients, exprimés en s^{-1} et non pas en m^2s^{-1} , sont plutôt des constantes de temps.

L'utilisation du vide ne modifie que la rapidité des transferts de matière, mais pas les valeurs à l'équilibre (Rastogi et Raghavarao, 1996).

Un modèle décrivant les transferts d'eau entre une solution de saccharose et un fruit, tenant compte à la fois des phénomènes diffusifs et hydrodynamiques a été proposé par Barat *et al.* (1997) :

$$\frac{z_t^w - y^w}{z_{HDM}^w - y^w} = k \cdot e^{\frac{-D_e \pi^2 t}{4l^2}} \quad \text{Eqn I.11.}$$

Avec :

- z^w la fraction massique d'eau dans la phase liquide du produit
- z_{HDM}^w la fraction massique d'eau dans la phase liquide du produit mesurée juste après un cycle vide/remise à Patm
- y^w la fraction massique d'eau dans la solution
- k la constante de vitesse des échanges (vaut $8/\pi^2$ en situation fickienne idéale)
- l la demi-épaisseur de l'échantillon (m)
- D_e la diffusivité effective de l'eau (m^2/s)
- t le temps (s)

OBJECTIFS DE L'ETUDE

Le procédé de DII en solution ternaire eau-NaCl-sirop de glucose ayant montré un potentiel intéressant pour le salage et le séchage d'autres produits carnés, son application à la formulation en salaison de viande de dinde mérite d'être évaluée. Dans un premier temps, la connaissance de certaines propriétés (masse volumique, viscosité dynamique et activité de l'eau) des solutions ternaires constitue un outil indispensable à l'interprétation des phénomènes de transferts de matière. D'autre part, cette connaissance préalable permettra d'orienter les choix technologiques de conduite du procédé.

En appliquant des méthodologies cinétiques et des approches de type plan d'expériences, l'influence des principales variables du procédé sur les transferts de matière sera déterminée. On s'intéressera en particulier aux concentrations en sel et en sirop de glucose de la solution et au temps de traitement. Un intérêt tout particulier sera accordé aux transferts des sucres, qui ont fait jusqu'à présent l'objet de peu de travaux. Enfin, en tenant compte à la fois des potentialités du procédé et des contraintes technologiques liées à l'utilisation de solutions ternaires eau-NaCl-sirop de glucose, cette étude contribuera à définir ce que la filière salaison de viande de volaille peut attendre de la DII et quel est le domaine d'application rationnellement acceptable de ce procédé.

D'autre part, il ressort de la synthèse bibliographique que :

- les transports de matière par diffusion qui régissent le procédé de DII sont lents,
- les procédés d'immersion sous vide des produits animaux sont relativement mal connus, mais commencent à être élucidés pour les produits végétaux (annexe 1),
- les travaux réalisés ont mis en place un vide continu ou un vide pulsé basé sur des cycles relativement longs. L'effet de cycles rapides et en particulier de la vitesse des rampes de mise sous vide et de rétablissement de la pression atmosphérique est encore méconnu,
- le procédé d'immersion sous vide pulsé présente un excellent potentiel pour la formulation rapide de produits.

Aussi, une amélioration de la connaissance qualitative des phénomènes mis en jeu ne peut-elle que rationaliser l'utilisation du procédé d'immersion sous vide pulsé. De plus, le positionnement de ce procédé par rapport au procédé de déshydratation-imprégnation par immersion devrait permettre de préciser l'intérêt de mettre en œuvre une nouvelle variable intensive, la pression.

C'est pourquoi, la seconde partie de ce travail tentera d'apporter des réponses sur l'opportunité de décliner le procédé d'immersion sous vide pulsé (IVP) en salaison de viande de volaille et de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu au cours de ce procédé. Des approches par comparaison de cinétiques d'immersion à pression atmosphérique et sous vide pulsé sur viande et/ou gels modèles constitueront la base de la méthode expérimentale appliquée. Les effets des principales variables opératoires du procédé d'IVP sur les transports de matière seront étudiés, notamment la pression sous vide, la température, le nombre de cycles et les durées respectives des différentes phases de ces cycles. D'autre part, on évaluera l'influence de certaines variables intrinsèques du produit, comme la présence d'epimysium, la

structure du produit et sa richesse en gaz occlus et/ou dissous, sur les transferts. L'ensemble du *corpus* expérimental réalisé doit permettre d'identifier les mécanismes hydrodynamiques et diffusifs impliqués dans le procédé d'immersion sous vide pulsé et de proposer un modèle de représentation qualitatif.

Enfin, les potentialités des procédés de déshydratation-imprégnation par immersion et d'immersion sous vide pulsé seront comparées, en insistant sur leur complémentarité, et en tenant compte des contraintes imposées par les solutions concentrées mises en jeu.

Partie II

FAITS EXPERIMENTAUX

Chapitre 1 MATERIELS ET METHODES

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT
IN CHARGE

OF THE

U. S. DEPT. OF JUSTICE



CHAPITRE 1

MATERIELS ET METHODES

II.1.1. Préparation des matières premières

II.1.1.1. La viande de dinde

II.1.1.1.1. Caractéristiques

La viande de dinde (*Meleagris gallopavo*) est achetée en boucherie, après abattage et réfrigération de l'animal. Cette viande provient d'un seul lot d'animaux ayant même âge et abattus en même temps. La masse des filets (*Pectoralis major*) utilisés pour l'ensemble des essais varie entre 1000 et 1300 g. Dès réception, les filets sont congelés individuellement dans une enceinte de surgélation (*Facis*) à - 50 °C en air pulsé et conservés en chambre froide négative à - 18 °C jusqu'à leur utilisation.

Les analyses réalisées sur la viande de dinde fraîche montrent que ses principales caractéristiques compositionnelles, teneurs en eau (W) et en sel (St), sont les suivantes :

$$W = 73,22 \pm 0,68 \text{ kg/100 kg}$$

$$St = 0,083 \pm 0,008 \text{ kg/100 kg}$$

II.1.1.1.2. Découpe

Avant traitement, les filets de dinde entiers sont décongelés pendant 24 h à + 4 °C, puis légèrement refroidis. Les filets de dinde entiers sont découpés dans le sens de la longueur en tranches de 2 cm d'épaisseur à l'aide d'une trancheuse à jambon (*Italiana Macchi 370*). A l'aide d'un gabarit en Plexiglas, les tranches sont découpées en filets parallélépipédiques de 7 cm × 5 cm × 2 cm ou en cubes de 2 cm × 2 cm × 2 cm.

II.1.1.2. Les gels modèles

Les gels standards sont préparés en mélangeant 4,95 g/100 g de poudre de carraghénane de type Iota (aubigel X52 TA *Sanofi*), 12,38 g/100 g de gélatine (classe B *Sanofi*) pendant deux minutes à l'aide d'un malaxeur (*Rowenta KA-67*) et 82,67 g/100 g d'eau déminéralisée en quantité suffisante pour former 0,5 kg de gel.

Après mélange des constituants, la pâte est répartie dans un moule constitué de deux plaques carrées en Pyrex de 180 mm d'arête et de 3 mm d'épaisseur entre lesquelles est placé un cadre carré métallique démontable de 100 mm d'arête interne et de 20 mm d'épaisseur. L'ensemble (moule, pâte) est introduit à l'intérieur d'un sachet en polyéthylène (0,12 mm d'épaisseur) puis est placé sous vide (-10^5 Pa) dans une machine à cloche sous vide *Multivac*. Lors de la phase de mise sous vide, l'air emprisonné dans la pâte est évacué ; puis à la remise du système sous pression atmosphérique la plaque supérieure en Pyrex prend

parfaitement appui sur le rebord annulaire du plateau d'aluminium ou de l'anneau ou des cylindres, emprisonnant ainsi la pâte «désaérée» ; l'excès de pâte est expulsé à l'extérieur du moule.

La seconde étape consiste à chauffer dans un bain-marie thermostaté (*Salvis*) le mélange et le moule contenus dans le sachet étanche jusqu'à 75°C, ce sachet étant maintenu à cette température pendant 30 minutes. A la sortie du bain-marie, on laisse refroidir le sachet dans une enceinte réfrigérée et ventilée (*Vittadini* FTD 220) à 10°C pendant environ 22 h. La phase de refroidissement rapide (≤ 60 minutes) permet la prise en gel. Durant le laps de temps restant, le gel rentre dans une phase dite de maturation (Bell, 1989). Sa structure se réorganise lentement et sa cristallinité augmente, ce qui conduit à la formation d'un réseau plus ordonné, plus stable et plus rigide.

Notons qu'après un traitement thermique, les systèmes carraghénanes-eau et gélatine-eau forment des gels transparents, thermoréversibles, élastiques thixotropes (Bell, 1989) et non sujets à la synérèse (Pedersen, 1974 ; Bell, 1989). Le mélange des deux biopolymères (carraghénanes et gélatine) dans l'eau après traitement thermique donne lieu à un gel thermoréversible et rigide. Les carraghénanes au caractère anionique très prononcé réagissent avec les poly-électrolytes cationiques que constituent les protéines

Quinze minutes avant immersion du gel, le sachet est ouvert et les plaques de Pyrex retirées. Le gel est recouvert d'un film étirable. Cette période permet de relaxer les contraintes mécaniques au sein du gel, développées par la mise sous vide. Le gel est alors découpé en cubes de 20 mm d'arête (Bohuon, 1995). Afin de formuler des gels contenant des gaz dissous, certains gels sont immergés dans de l'eau gazeuse.

II.1.1.3. Les solutions

Les solutions utilisées pour le traitement par immersion de la viande et des gels sont formulées en utilisant du chlorure de sodium («La Baleine» - *Compagnie des Salins du Midi et des Salines de l'Est*), du sirop de glucose de DE 21 («Glucidex[®] IT21» - *Roquette*) et de l'eau du réseau. Les ingrédients sont solubilisés dans une cuve mélangeuse munie d'un système d'agitation mécanique (*Auriol*) et les solutions sont stockées jusqu'à leur utilisation à la température choisie pour le traitement, dans une enceinte thermostatée (*Cryo-Rivoire*).

Dans le cas des solutions formulées pour mesurer leurs propriétés physico-chimiques, de l'eau déminéralisée est utilisée et environ 100 ml de solution sont formulés dans un bécher, l'agitation étant réalisée par un barreau magnétique.

Pour les essais en solution colorée, du bleu de méthylène est ajouté à la solution.

II.1.2. Dispositifs expérimentaux

II.1.2.1. Traitement à pression atmosphérique

Ce dispositif est représenté sur la figure II.1. Les échantillons sont positionnés sur des claies qui maintiennent les produits en immersion pendant la durée du traitement. Un vérin pneumatique permet l'immersion et l'agitation verticale de la nacelle supportant les

claires dans la cuve contenant la solution. L'agitation est réglable (temps de montée du vérin, temps de descente du vérin et amplitude de la course). La cuve est munie d'une double enveloppe alimentée en liquide de refroidissement par un cryothermostat (Lauda RSK 20).

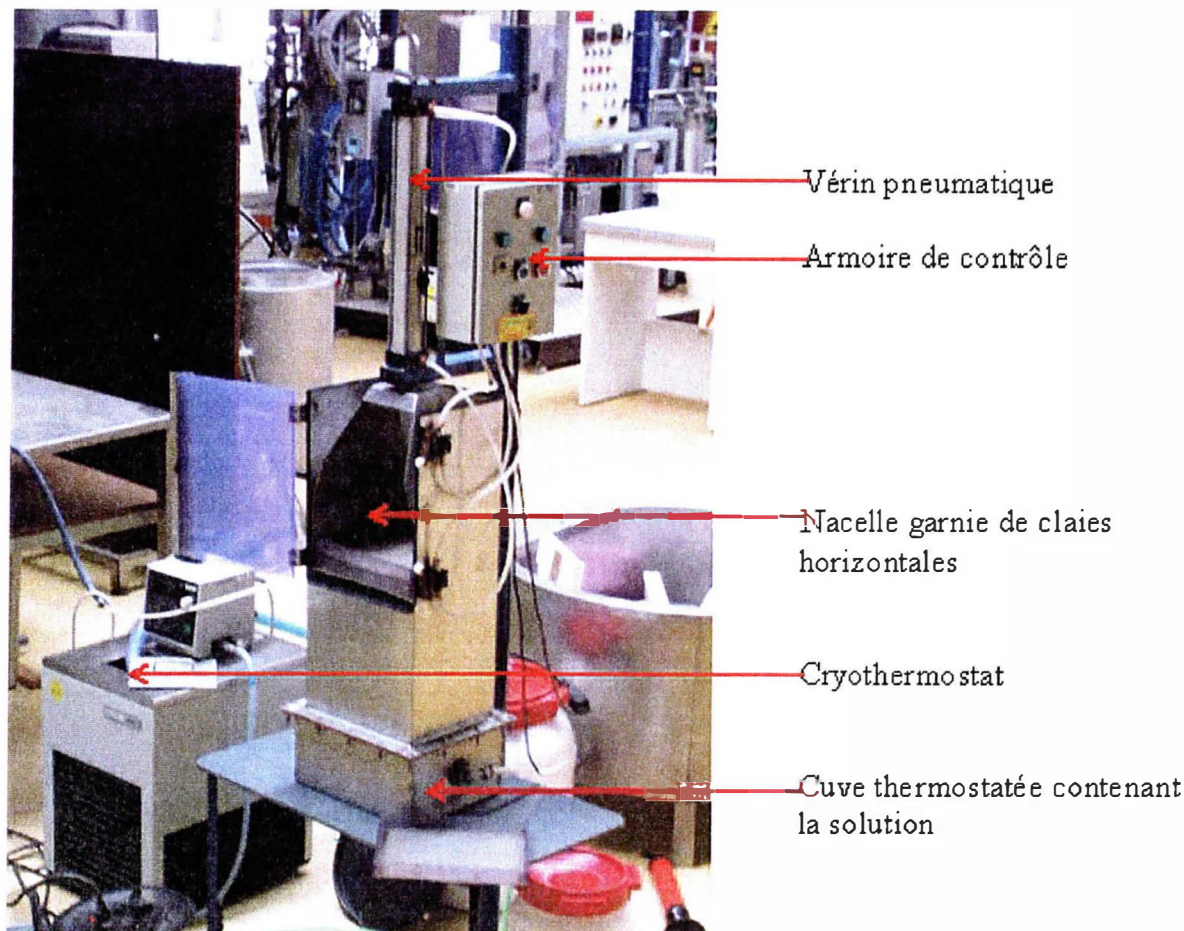


Figure II.1. Le dispositif expérimental de DII à pression atmosphérique

II.1.2.2. Traitements sous vide

II.1.2.2.1. Principe d'un cycle de vide

Un cycle de vide (figure II.2) est défini par :

- Le temps nécessaire pour établir le vide (t_0)
- Le temps durant lequel le vide est maintenu dans l'enceinte (t_1)
- Le temps nécessaire pour rétablir la pression atmosphérique (t_2)
- Le temps de maintien de la pression atmosphérique (t_3)

Quand P_v est inférieure à $P_e(T)$, la pression d'ébullition de l'eau pure à la température T , on parle d'IVPe (IVP en conditions d'ébullition). Quand t_0 et t_2 sont négligeables devant t_1 et t_3 , on parle d'IVPr (IVP rapide). Quand t_0 et t_2 sont du même ordre de grandeur que t_1 et t_3 , on parle d'IVPl (IVP lente). Sans précisions supplémentaires, on considérera que le procédé d'IVP est conduit à 20 kPa, que les cycles d'IVPl valent ($t_0=100$ s ; $t_1=300$ s ; $t_2=20$ s ; $t_3=300$ s) et que ceux d'IVPr valent ($t_0=5$ s ; $t_1=355$ s ; $t_2=5$ s ; $t_3=355$ s). Enfin, le terme IVP correspond à IVP lente, si aucune autre précision n'est donnée.

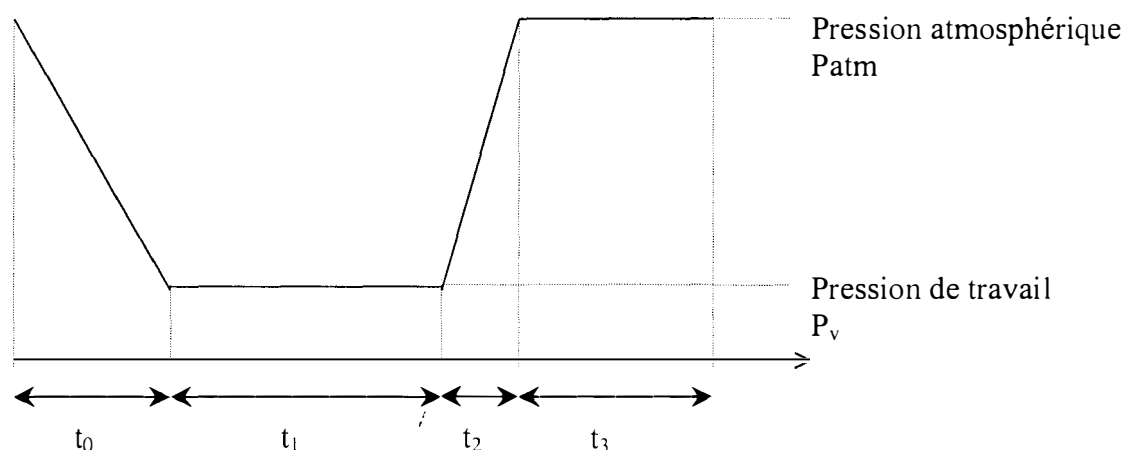


Figure II.2. Schéma d'un cycle de vide

II.1.2.2.2. Dispositif de laboratoire

Le montage est réalisé à l'aide de deux fioles Büchner et d'une pompe à vide à palette. La première fiole Büchner est directement reliée à la pompe à vide et à plusieurs fonctions. Elle sert d'une part de piège pour éviter la remontée de liquide dans la pompe, d'autre part, son bouchon comporte trois piquages. Le premier est relié à un manomètre, le deuxième à une vanne permettant de réguler la pression (fuite constante). Enfin, le troisième est relié à la seconde fiole qui est utilisée comme enceinte de traitement. Le bouchon de la seconde fiole comporte une vanne «tout ou rien» permettant de réaliser les cycles de vide.

Ce dispositif nous permet de réaliser deux types de traitements. Le premier est appelé IVP rapide (IVPr) puisque les rampes de descente et remontée sont de l'ordre de cinq secondes. Le traitement est donc plus contraignant que le précédent. Le second est un traitement à la pression d'ébullition de l'eau à température ambiante (IVPe).

II.1.2.2.3. Dispositif pilote

Ce dispositif (figure II.3) comporte une enceinte étanche. Une cuve à double enveloppe en acier inoxydable est placée dans cette enceinte, et un vérin pneumatique assure l'immersion et l'agitation d'une nacelle dans la cuve. La nacelle comporte quatre étages séparés par un grillage. L'alimentation en air comprimé et en liquide de refroidissement pour la double enveloppe est réalisée au travers d'un système de joint étanche. La température est maintenue au moyen d'un cryothermostat (*Lauda RSK 20*). A l'intérieur de l'enceinte, le vide est créé au moyen d'une pompe à vide à anneau liquide. L'enceinte est munie aussi d'une vanne qui permet de rétablir la pression atmosphérique dans l'enceinte. L'ensemble du dispositif est automatisé au moyen d'une centrale d'acquisition de données (*Campbell*) qui assure l'ouverture et la fermeture de la vanne. Les paramètres programmables sont la durée de la phase sous vide et la durée de la phase à pression atmosphérique.

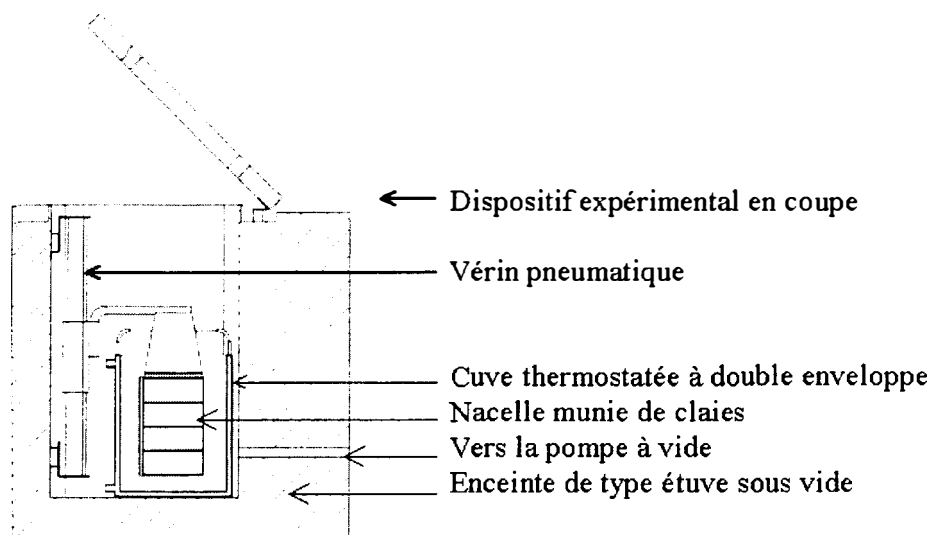


Figure II.3. Schéma du dispositif expérimental d'IVP

II.1.3. Protocoles expérimentaux

Avant traitement, les échantillons de viande fraîche sont rapidement rincés et essuyés à l'aide de papier absorbant. Les échantillons sont pesés, placés sur les claies et traités par immersion, sous vide ou à pression atmosphérique, dans un des dispositifs décrits dans des conditions d'excès de solution, afin de s'affranchir des phénomènes de dilution. Tous les points sont triplés. Après traitement, les produits sont rincés pendant 10 secondes dans de l'eau froide, essuyés à l'aide de papier absorbant, pesés et emballés sous vide (*Multivac*) dans des sachets thermosoudés. Ils sont conservés en chambre froide à + 4 °C pendant deux jours, afin de les laisser s'homogénéiser, avant d'être broyés et analysés.

La détermination des profils de concentration en eau et en sel a été réalisée sur des échantillons de 7 cm x 5 cm x 2 cm. Après traitement, une bande d'un centimètre est éliminée de chaque côté afin de s'affranchir des effets de bord. L'échantillon se présente alors sous la forme d'un parallélépipède de 5 cm x 3 cm x 2 cm. Il est alors immédiatement surgelé à - 50 °C en air pulsé afin d'interrompre les transferts de matière internes. Puis, l'échantillon est découpé à la trancheuse à jambon (*Italiana Macchi 370*) en lamelles de 5 cm x 3 cm et d'épaisseur d'environ 0,7 à 1 mm. Chaque lamelle est ensuite pesée et analysée.

II.1.4. Méthodes de mesure

II.1.4.1. Profil de concentration en eau et en sel

Afin d'évaluer et de comparer les transferts internes d'eau et de sel, des profils de concentration en sel et en eau ont été réalisés selon le principe suivant (Bohuon, 1995). L'épaisseur d'une lamelle de viande de masse m_i (kg), de masse volumique ρ_i (kg/m³) et de surface S_i (m²) vaut:

$$e_i = \frac{m_i}{\rho_i S_i} \quad \text{Eqn. II.1.}$$

De même, l'épaisseur de l'échantillon de viande de masse m_t (kg), de masse volumique ρ_t (kg/m³) et de surface S_t (m²) vaut :

$$e_t = \frac{m_t}{\rho_t S_t} \quad \text{Eqn. II.2.}$$

Il résulte de (1) et (2) que :

$$\frac{e_i}{e_t} = \frac{m_i}{m_t} \cdot \frac{\rho_t}{\rho_i} \cdot \frac{S_i}{S_t} \quad \text{Eqn. II.3.}$$

On suppose que la masse volumique est uniforme sur l'échantillon et que la découpe est suffisamment précise pour que la surface de chaque lamelle soit égale à la surface de l'échantillon :

$$\forall i \quad \rho_i \approx \rho_t \quad \text{Eqn. II.4.}$$

$$\forall i \quad S_i \approx S_t \quad \text{Eqn. II.5.}$$

Ce qui a pour conséquence :

$$\frac{e_i}{e_t} \approx \frac{m_i}{m_t} \quad \text{Eqn II.6.}$$

Les profils de concentration sont présentés sous forme de graphiques donnant la teneur en eau ou la teneur en sel en fonction de la demi-épaisseur exprimée en pourcentage. Connaissant l'épaisseur estimée de chaque lamelle, il est alors possible d'estimer sa position en mm par rapport au plan médian de l'échantillon ($X_{i/\text{centre}}$) à l'aide de la formule suivante :

$$X_{i/\text{centre}} = \left| \frac{e_t - e_i}{2} - \sum_{k=1}^{i-1} e_k \right| \quad \text{Eqn II.7.}$$

Afin de s'affranchir de la variabilité de l'épaisseur de l'échantillon, la distance entre la lamelle et le centre est exprimée en pourcentage de la demi-épaisseur.

II.1.4.2. Appréciation de la quantité de liquide transporté dans la viande

Afin d'estimer la quantité de liquide transporté dans la viande, des cubes de viande de 2 cm d'arête sont immergés dans une solution colorée au bleu de méthylène, sous vide ou à pression atmosphérique. Immédiatement après traitement, ils sont placés dans une enceinte de surgélation (*Facis*) pendant 15 minutes à -50 °C en air pulsé. Les cubes surgelés sont alors coupés en deux en suivant le plan médian d'une des faces et dans le sens des fibres musculaires. Les faces internes sont alors digitalisées à l'aide d'un scanner couleur (*Agfa*, *Snapscan 600*). Les images obtenues sont imprimées en couleur à l'aide d'une imprimante

(Hewlett Packard, Deskjet 1200 C) sur du papier (80 g.m⁻²). Les images des cubes sont découpées et pesées, la masse d'une image étant notée m_1 (g). Puis, toutes les parties colorées en bleu sont découpées. La partie non colorée restante est alors pesée et cette masse est notée m_2 (g). La densité de coloration (DC) est calculée selon l'équation :

$$DC = 100 \cdot \frac{m_1 - m_2}{m_1} \quad \text{Eqn. II.8.}$$

II.1.4.3. Analyses chimiques sur la viande

II.1.4.3.1. Teneur en eau

La teneur en eau (W) est mesurée par différence de pesée entre la matière fraîche et la matière sèche. Pour cela, un échantillon d'une dizaine de grammes est placé dans une coupelle en aluminium préalablement pesée. L'échantillon est ensuite placé à l'étuve à 104 °C jusqu'à masse constante. A la sortie, il est mis pendant 10 minutes dans un dessiccateur afin d'éviter une reprise d'humidité pendant le refroidissement. Puis la coupelle est à nouveau pesée. On en déduit la teneur en eau du prélèvement (AFNOR, 1968-a) :

II.1.4.3.2. Teneur en sel

Afin d'extraire les ions chlorure de la chair, un broyat d'environ 0.5 g de chair est mis en solution dans 50 ml d'acide nitrique à 0.3 N et placé sous agitation pendant 2 heures. Il est ensuite laissé au repos pendant une heure, afin de permettre la décantation des particules en suspension.

Un chloromètre (*Corning chloride analyzer 926*) mesure la différence de potentiel entre une électrode de référence et une électrode d'argent, plongées dans une solution tampon contenant 0.5 ml de l'extrait. Le complexe des ions Ag^+ avec les ions Cl^- crée une différence de potentiel proportionnelle à la quantité d'ions Cl^- en solution. On peut alors déduire la teneur en sel (St) de l'échantillon (Bohuon *et al.*, 1998) :

La gamme de mesure est de 20 à 500 mg Cl^- / litre de solution et la reproductibilité de ± 3 mg Cl^- / litre d'ions chlorure. Le résultat est exprimé en kg de NaCl pour 100 kg d'échantillon.

II.1.4.3.3. Teneur en sucres

La teneur en sucres totale (Su) (somme des teneurs en glucose (G_1), maltose (G_2), malto-triose (G_3), 4G (G_4), 5G (G_5) et 6G (G_6)) est réalisée par chromatographie ionique, après deux extractions successives de 10 g d'échantillon pendant une heure, par ébullition à reflux dans 100 ml l'éthanol à 80 % (v/v). Un chromatographe *Dionex DX300*, comprenant une pompe *Dionex AGP*, un détecteur par ampérométrie pulsée *Dionex PAD* et un intégrateur *Shimatzu CR5A* a été utilisé dans les conditions opératoires suivantes : une colonne *Carbopac*

PA1, une élution avec un mélange soude/acétate de sodium/eau et un débit d'élution constant de 1 ml.min⁻¹ (Peschet et Giacalone, 1991).

$$Su = \sum_{i=1}^6 G_i \quad \text{Eqn II.9.}$$

II.1.4.3.4. Evaluation du volume et de la composition des gaz émis par la viande

Le volume total des gaz émis par la viande est mesuré à l'aide d'une burette graduée couplée à un entonnoir renversé au-dessus des filets immergés sous vide. Le calcul des quantités relatives des différents gaz ainsi que leur identification sont réalisés à l'aide d'un appareil de chromatographie en phase gazeuse (CPG) couplé à un logiciel d'intégration des pics.

II.1.4.4. Mesures physiques sur la viande

II.1.4.4.1. Masse volumique apparente

La masse volumique de la viande est déterminée à partir de la mesure pycnométrique d'un volume de viande. Un pycnomètre à débordement est utilisé. Le liquide d'immersion choisi est l'eau déminéralisée. La masse volumique ρ_v (kg/m³) de la viande à la température T est déterminée par la relation (Bohuon, 1995 ; Rahman, 1995) :

$$\rho_v = \frac{m_v}{m_p - m_{p+v} + m_v} \rho_w \quad \text{Eqn II.10.}$$

Avec m_p la masse du pycnomètre rempli d'eau (kg), m_{p+v} la masse du pycnomètre rempli d'eau et de viande (kg), m_v la masse de la viande introduite dans le pycnomètre (kg) et ρ_w la masse volumique de l'eau déminéralisée (kg/m³).

II.1.4.4.2. Mesure de porosité apparente de la viande

Le pilote de DII sous vide est utilisé pour déterminer la porosité des filets de dinde de 70 mm × 50 mm × 10 mm. Ces derniers sont rincés, essuyés à l'aide de papier absorbant, pesés puis immergés dans de l'eau, à + 10 °C, sous vide contrôlé (P kPa), pendant 15 minutes. Le vide est alors cassé et les filets sont essuyés à l'aide de papier absorbant et pesés. Connaissant la masse initiale du filet, le gain en masse et la masse volumique de l'eau et de la viande, on détermine la fraction volumique de liquide passé dans le produit à la pression P selon l'équation :

$$X = \frac{\rho_p M_w}{\rho_w M_p} \quad \text{Eqn II.11.}$$

Avec X la fraction volumique de liquide «infiltré» dans le produit, ρ_w la masse volumique de l'eau (kg/m³), M_w la masse d'eau entrée dans le produit soumis au vide (kg), ρ_p la masse volumique du produit (kg/m³) et M_p la masse initiale du produit (kg).

Cette procédure est appliquée à plusieurs pressions (80, 60, 40, 20, 10 et 5 kPa), ce qui permet d'exprimer la fraction volumique de liquide passé dans le produit en fonction de la variation relative de pression. Ces deux grandeurs sont proportionnelles (Shi *et al.*, 1995 ; Guamis *et al.*, 1997).

$$X = \varepsilon_0 \frac{P_0 - P}{P_0} \quad \text{Eqn II.12.}$$

Avec ε_0 la porosité effective du produit, X la fraction volumique de liquide passé dans le produit, P_0 la pression initiale (kPa) et P la pression finale après mise sous vide (kPa).

II.1.4.5. Mesures des propriétés physico-chimiques des solutions

II.1.4.5.1. Activité de l'eau

L'activité de l'eau des solutions, notée A_w est mesurée à l'aide d'un A_w mètre (GBX FA-st /1) couplé à un thermostat (Julabo MV-F25). La température de l'enceinte est contrôlée à $25 \pm 0,1^\circ\text{C}$. L'appareil a été préalablement calibré avec des solutions aqueuses saturées en KCl (0,843) et NaCl (0,753). L'erreur maximum d'étalonnage est de 1,5 % et l'écart maximum par rapport à la moyenne est de 1 %.

II.1.4.5.2. Masse volumique

La masse volumique des solutions, notée ρ ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$), est mesurée par pycnométrie (pycnomètre de 50 ml équipé d'un thermomètre) à 10 et 25°C . Les pesées sont réalisées avec une précision de $\pm 0,1 \times 10^{-3}$ g. La température est contrôlée à $\pm 0,2^\circ\text{C}$. Chaque mesure est triplée et la masse volumique correspond à la moyenne arithmétique des trois répétitions. L'erreur maximum d'étalonnage est de $\pm 0,5 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$, et l'écart maximum par rapport à la moyenne est de $\pm 2 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

II.1.4.5.3. Viscosité dynamique

La viscosité dynamique des solutions, notée η (Pa.s), est mesurée avec un viscosimètre rotatif (Haake VT550). La température est contrôlée à $\pm 0,2^\circ\text{C}$. Le système de mesure est constitué de 3 mobiles (NV-DIN, MV-DIN et SV-DIN). Le viscosimètre a été testé avec 4 huiles de silicones étalons ($9,5, 96, 475$ et $5020 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$) à $\pm 1\%$. L'erreur maximum d'étalonnage est de 1,5 % et l'écart maximum par rapport à la moyenne est 1 %.

Les mesures se déroulent en 3 phases. Dans un premier, il y a une mise en température du mobile et de la solution : le mobile est en rotation avec une vitesse de cisaillement de $50 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à ce que la température atteigne la température de consigne à $\pm 0,1^\circ\text{C}$. Au cours de la deuxième phase un gradient de vitesse de cisaillement est imposé, allant de 600 à $1100 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le mobile NV-DIN, de 5 à $100 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le mobile MV-DIN et de 5 à $75 \text{ rad}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le SV-DIN. Au cours de cette phase le viscosimètre effectue 20 mesures. Durant la dernière phase la vitesse de cisaillement est constante, elle correspond à la vitesse maximum indiquée ci-dessus. L'appareillage effectue 20 mesures durant une minute.

II.1.5. Expression et analyse des résultats

II.1.5.1. Les transferts de matière

Les transferts de matière sont caractérisés par la perte en eau (PE), le gain en sel (GSt), le gain en sucres total (GSu), les gains en glucose (GG1), maltose (GG2), malto-triose (GG3), oligosaccharides à 4 (GG4), 5 (GG5) et 6 (GG6) unités dextrose et la variation de masse (ΔM). Ces indicateurs sont exprimés en kg pour 100 kg de matière initiale (kg/100 kg m.i.).

$$PE = W_0 - \frac{M_t}{M_0} \cdot W_t \quad \text{Eqn.II.13.}$$

$$GSt = \frac{M_t}{M_0} \cdot St_t - St_0 \quad \text{Eqn.II.14.}$$

$$GSu = \frac{M_t}{M_0} \cdot Su_t - Su_0 \quad \text{Eqn.II.15.}$$

$$GG_i = \frac{M_t}{M_0} \cdot G_{it} - G_{i0} \quad \text{Eqn.II.16.}$$

$$\Delta M = 100 \cdot \frac{M_t - M_0}{M_0} \quad \text{Eqn.II.17.}$$

Avec M la masse de produit, W la teneur en eau (kg/100 kg), St la teneur en sel (kg/100 kg), Su la teneur en sucres totaux (kg/100 kg), G_i la teneur en sucre i (kg/100 kg), t l'indice relatif à l'instant t et 0 l'indice relatif à l'instant initial.

II.1.5.2. Calcul de la quantité de liquide transporté dans la viande

Considérons PE_d , GSt_d et ΔM_d (kg/100 kg m.i.) la perte en eau, le gain en sel et la variation de masse obtenus par diffusion lors de l'immersion de filets de dinde de teneur en sel initiale St_0 (kg/100 kg) en solution concentrée en sel de concentration C_{st} (g/kg) à pression atmosphérique. Soit W_d et St_d (kg/100 kg) les teneurs en eau et en sel des produits traités à pression atmosphérique. Soit X (kg) la masse de solution transportée dans la viande par mécanismes hydrodynamiques, M_0 (kg) la masse initiale de viande traitée et M_t (kg) la masse de produit après traitement. Soit PE_v , GSt_v et ΔM_v (kg/100 kg m.i.) la perte en eau, le gain en sel et la variation de masse observés après un traitement par IVP dans les mêmes conditions expérimentales qu'à pression atmosphérique. Soit W_v et St_v (kg/100 kg) les teneurs en eau et en sel des produits traités par IVP. On propose l'hypothèse qu'en IVP, les transports de matière peuvent se décomposer en un transfert par diffusion équivalent à celui observé à pression atmosphérique et un transport de X kg de solution dans le produit. On considère donc que la solution reste à l'intérieur du produit. L'existence ou non de transferts par diffusion entre la surface interne et la solution occluse n'influence pas ce modèle.

La masse de sel, M_{st_d} (kg), transportée par diffusion dans le produit à pression atmosphérique est égale à :

$$M_{st_d} = M_t \cdot \frac{St_d}{100} \quad \text{Eqn.II.18.}$$

La masse de sel, M_{st_v} (kg), transportée dans le même produit en IVP vaut :

$$M_{st_v} = M_t \cdot \frac{St_d}{100} + X \cdot \frac{C_{st}}{1000 + C_{st}} \quad \text{Eqn.II.19.}$$

Dans ces conditions, on peut écrire :

$$GSt_d = \frac{M_t}{M_0} \cdot St_d - St_0 \quad \text{Eqn.II.20.}$$

$$GSt_v = GSt_d + \frac{100 \cdot X}{M_0} \cdot \frac{C_{st}}{1000 + C_{st}} \quad \text{Eqn.II.21.}$$

En suivant le même raisonnement sur la perte en eau et sur la variation de masse, on aboutit à :

$$PE_v = PE_d - \frac{100 \cdot X}{M_0} \cdot \frac{1000}{1000 + C_{st}} \quad \text{Eqn.II.22.}$$

$$\Delta M_v = \Delta M_d + \frac{100 \cdot X}{M_0} \quad \text{Eqn.II.23.}$$

II.1.5.3. Modèles empiriques des propriétés des solutions

Des modèles empiriques rendant compte des propriétés thermo-physiques des solutions ternaires eau-NaCl-saccharose ont été proposés par Bohuon *et al.* (1997). Cependant, les propriétés des solutions ternaires eau-NaCl-sirop de glucose restent inconnues à ce jour. Les modèles empiriques proposés par Bohuon *et al.* (1997) pour la viscosité et la masse volumique seront transposés à nos données expérimentales.

II.1.5.4.1. Masse volumique

Si V est le volume de solution (m^3) contenant 1 kg d'eau, m_1 moles de NaCl et m_2 moles de sucres, alors la masse volumique ρ ($kg \cdot m^{-3}$) peut être facilement calculée par :

$$\rho = \frac{1 + 0,05844m_1 + 1,007m_2}{V} \quad \text{Eqn.II.24.}$$

Avec m_1 le nombre de moles de NaCl et m_2 le nombre de moles de sirop de glucose. Remarquons que 0,05844 et 1,007 sont respectivement la masse molaire de NaCl (kg/mol) et que 1,007 est la masse molaire médiane du sirop de glucose de DE21 (kg/mol).

Le volume expérimental du mélange (V) est corrélé par un polynôme en molalités proposé par Bohuon *et al.* (1997)

$$V = \frac{1}{\rho_{H_2O}} + a_1 m_1 + a_2 m_2 + a_{11} m_1^2 + a_{22} m_2^2 + a_{12} m_1 m_2 \quad \text{Eqn.II.25.}$$

Avec ρ_{H_2O} la masse volumique de l'eau (kg/m^3), a_i et a_{ii} les paramètres du modèle, m_1 la molalité en NaCl (mol.kg^{-1}) et m_2 la molalité en DE21 (mol.kg^{-1}).

II.1.5.4.2. Viscosité dynamique

Les viscosités dynamiques expérimentales η (Pa.s) du mélange sont corrélées par un polynôme proposé par Bohuon *et al.* (1997)

$$\begin{aligned} \text{Log}_{10}(\eta / \eta_{H_2O}) = & b_1 m_1 + b_2 m_2 + b_{11} m_1^2 + b_{22} m_2^2 + b_{12} m_1 m_2 \\ & + b_{111} m_1^3 + b_{222} m_2^3 + b_{122} m_1 m_2^2 + b_{211} m_2 m_1^2 \end{aligned} \quad \text{Eqn.II.26.}$$

Avec η_{H_2O} la viscosité dynamique de l'eau ($\text{Pa} \cdot \text{s}$), b_i , b_{ii} et b_{iii} les paramètres binaires, b_{ij} et b_{ijj} les paramètres ternaires m_1 la molalité en NaCl (mol.kg^{-1}) et m_2 la molalité en DE21 (mol.kg^{-1}).

II.1.5.4.3. Activité de l'eau

Bohuon (1995) a proposé d'appliquer le modèle UNIQUAC aux données d'activité de l'eau des solutions ternaires eau-NaCl-saccharose. La modélisation des données d'activité de l'eau obtenues sur nos solutions ternaires eau-NaCl-sirop de glucose sera plus simple. Nous choisirons d'utiliser comme modèle un polynôme du second degré avec interaction :

$$A_w = 1 + c_1 m_1 + c_2 m_2 + c_{11} m_1^2 + c_{22} m_2^2 + c_{12} m_1 m_2 \quad \text{Eqn.II.27.}$$

Avec $A_{w_{H_2O}}$ l'activité de l'eau de l'eau pure, c_i et c_{ii} les paramètres binaires, c_{ij} le paramètre ternaire, m_1 la molalité en NaCl (mol.kg^{-1}) et m_2 la molalité en DE21 (mol.kg^{-1}).

II.1.5.4.4. Méthodologie

Les propriétés des solutions ternaires eau-NaCl-DE21 ont été mesurées pour les points représentés sur la figure II.4.

Afin d'identifier les paramètres des équations II.25, II.26 et II.27, une méthodologie progressive est appliquée. Tout d'abord, les paramètres a_1 et a_{11} de l'équation II.25, les paramètres b_1 , b_{11} et b_{111} de l'équation II.26 et les paramètres c_1 et c_{11} de l'équation II.27, relatifs aux solutions binaires eau-NaCl, sont recalculés à partir de données issues de la littérature (Robinson et Stokes, 1959 ; Bohuon *et al.*, 1997). Les paramètres a_2 et a_{22} de

l'équation II.25, les paramètres b_2 , b_{22} et b_{222} de l'équation II.26 et les paramètres c_2 et c_{22} de l'équation II.27, relatifs aux solutions binaires eau-DE21, sont identifiés par régression sur les points expérimentaux correspondant uniquement aux solutions binaires eau-DE21 à l'aide du logiciel *TableCurve 2D (AISN Software Inc.)*. Les paramètres d'interactions a_{12} de l'équation II.25, b_{12} , b_{122} et b_{211} de l'équation II.26 et a_{12} de l'équation II.27 sont identifiés par régression multiple sur les points expérimentaux correspondant aux solutions ternaires à l'aide du logiciel *TableCurve 3D (AISN Software Inc.)*. L'écart moyen relatif (ERM) est calculé afin de donner une mesure de la précision de l'estimation.

$$ERM = \sqrt{\left(\frac{y'_{\text{exp}} - y'_{\text{mod}}}{y'_{\text{exp}}} \right)^2} \quad \text{Eqn II.28.}$$

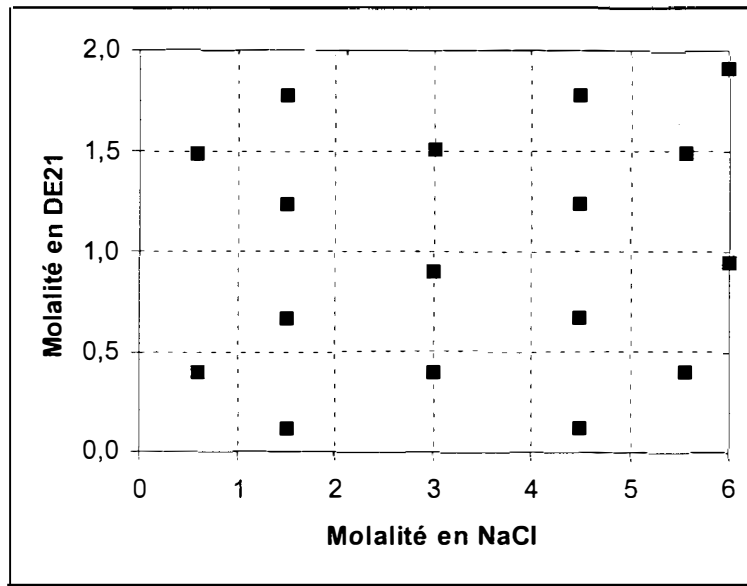


Figure II.4. Solutions ternaires expérimentales

II.1.5.4. Modélisations des transferts de matière

Les cinétiques de perte en eau et de gains en solutés peuvent être représentées par une forme mathématique de type bi-exponentielle (Raoult-Wack, 1991). Les régressions ont été réalisées à l'aide du logiciel *TableCurve 2D (AISN Software Inc.)*.

$$Y(t) = f_1 \left[1 - e^{-k_1 t} \right] + f_2 \left[1 - e^{-k_2 t} \right] \quad \text{Eqn II.29.}$$

Avec f_1 , f_2 , k_1 et k_2 les paramètres de régression, Y une réponse (PE, GSt, GSu ou GG_i), et t le temps de traitement.

II.1.5.5. Modélisation et comparaison des profils de concentration

Une représentation simplifiée des profils de concentration en eau et en sel à l'aide de deux droites, inspirée de Raoult-Wack (1991) a été réalisée. Les teneurs en eau et en sel sont exprimées en fonction de la demi-épaisseur relative du cube de viande à l'aide de l'équation :

$$Y = (aX + b)(X < S) + (cX + d)(X \geq S) \quad \text{Eqn.II.30.}$$

où X, Y sont respectivement la demi épaisseur relative (%) du cube de viande et la teneur en eau ou en sel (kg/100 kg), a et b étant la pente et l'ordonnée à l'origine de la première droite, c et d étant la pente et l'ordonnée à l'origine de la seconde droite et S étant l'épaisseur correspondant au point de changement de modèle linéaire.

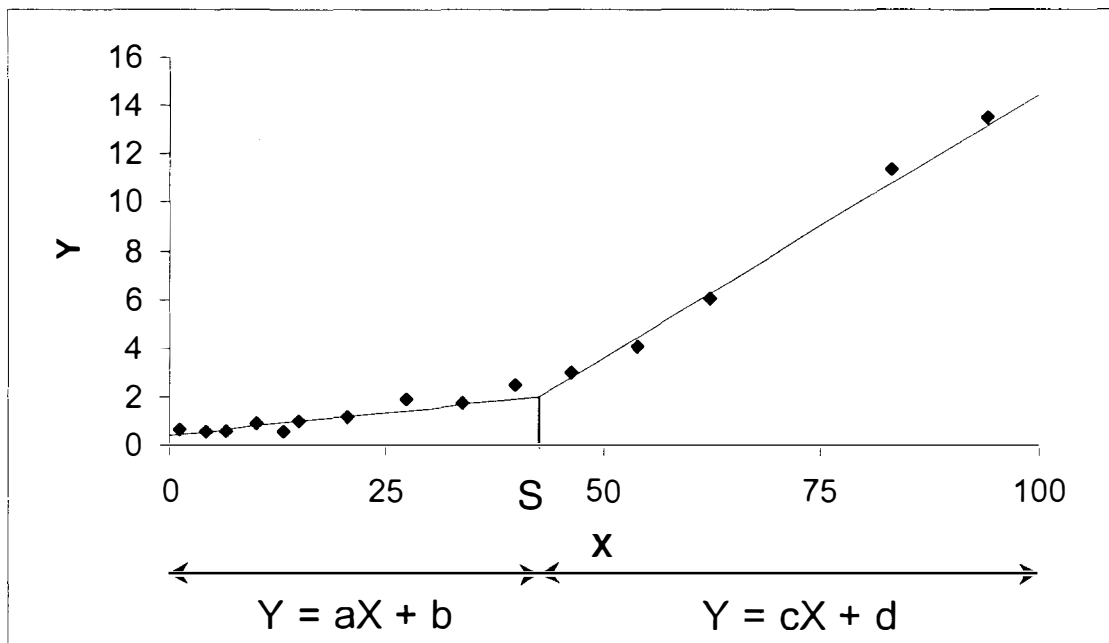


Figure II.5. Représentation d'un profil de concentration

II.1.5.6. Estimation de la surface spécifique d'échange en IVP

L'effet du temps de traitement et de la surface spécifique d'échange entre le produit et la solution sur le gain en sel est modélisé de la façon suivante⁷⁵ à l'aide du logiciel *TableCurve 3D* (AISN Software Inc.):

$$GSt = a t^b \left(\frac{S}{V} \right)^c \quad \text{Eqn.II.31.}$$

⁷⁵ Le choix de ce modèle empirique découle de la volonté initiale de relier les transferts au nombre de Fick ou à une forme s'en rapprochant.

où GSt, t, S et V sont respectivement le gain en sel (kg/100 kg m.i.), le temps de traitement (s), la surface d'échange (m²) et le volume du produit (m³), a, b et c étant les paramètres de l'équation à déterminer. Dès lors, connaissant le gain en sel et le volume des produits traités pendant une durée donnée par IVP, l'équation permet de déterminer la surface d'échange théoriquement mise en jeu en IVP.

II.1.6. Méthodologies statistiques

II.1.6.1. Comparaison statistiques de cinétiques

Afin de comparer l'effet d'un facteur F à n modalités sur les n cinétiques correspondantes, une analyse de variance sur le facteur F à n modalités et m répétitions est réalisée sur chaque point expérimental de la cinétique (Nicolas *et al.*, 1998). Les tests de comparaison multiples des moyennes sont réalisés à l'aide de la méthode de la plus petite différence significative de Fisher. Les tests de Bartlett et de Cochran permettent de comparer les variances. Les analyses de variances et les tests statistiques ont été réalisés à l'aide du logiciel *Statgraphics (Statistical Graphic System, STSC)*. Notons que le facteur F peut être par exemple le mode de traitement (immersion sous vide pulsé ou à pression atmosphérique), la conduite d'un prétraitement (dégazage préalable ou non des filets) ou un paramètre comme la température de traitement.

II.1.6.2. Méthodologie des plans d'expériences

II.1.6.2.1. Choix du plan

La méthodologie des plans d'expériences (Cochran et Cox, 1966 ; Goupy, 1990) a été utilisée afin de déterminer l'influence des principales variables de commande du procédé de DII (facteurs) sur les transferts de matière (réponses), au travers d'un modèle de type «boîte noire». Cette méthode est particulièrement adaptée à l'optimisation de la formulation de produits (Arteaga *et al.*, 1994 ; Moskowitz, 1995-a), en particulier parce qu'elle permet de minimiser le nombre d'essais (Hunter et Muir, 1991).

Des études antérieures ont mis en évidence la non-linéarité des transferts de matière vis-à-vis de nombreux facteurs, comme la concentration en solutés ou le temps de traitement (Collignan et Raoult-Wack, 1992 ; 1994 ; Saurel *et al.*, 1994-a ; 1994-b ; Bohuon, 1995 ; Deumier *et al.*, 1996-a). Le réseau uniforme de Doehlert (Doehlert, 1970) a été retenu pour la modélisation des transferts de matière. En effet, puisqu'il permet d'exprimer les réponses en fonction des facteurs, sous la forme d'un polynôme du second degré, il tient compte d'effets quadratiques et d'interactions entre les facteurs.

Chaque réponse est reliée aux facteurs par un polynôme du second degré, obtenu par régression multilinéaire (Draper et Smith, 1981), selon l'équation II.32.

$$Y_i = \alpha_0 + \alpha_1 X_1 + \dots + \alpha_n X_n + \alpha_{11} X_1^2 + \dots + \alpha_{nn} X_n^2 + \alpha_{12} X_1 X_2 + \dots + \alpha_{n-1,n} X_{n-1} X_n \quad \text{Eqn.II.32.}$$

Avec Y_i la réponse étudiée, X_j le facteur j , α_0 une constante, α_j l'effet linéaire du facteur X_j , α_{jj} l'effet quadratique du facteur X_j et α_{jk} l'effet d'interaction entre les facteurs X_j et X_k

Les facteurs étudiés sont la concentration en sel (C_{st}), qui varie de 0 à 350 g/kg, la concentration en sirop de glucose de DE21 (C_{su}), qui varie de 0 à 1900 g/kg et le temps de traitement (t), qui varie de 1 à 24 h. La concentration en sel maximale de 350 g/kg correspond à la saturation à 10 °C. La concentration en sirop maximale de 1900 g/kg correspond au seuil de solubilité du saccharose. Il est peu rigoureux de parler de saturation pour un sirop de glucose. Cependant, au-delà de 1900 g/kg, les viscosités des solutions sont tellement importantes qu'elles sont incompatibles avec les contraintes technologiques industrielles. Afin de mieux décrire l'effet de la concentration en sirop, le facteur réellement injecté dans le plan est la racine carrée de la concentration en sirop ($\sqrt{C_{su}}$). En effet, plusieurs études ont montré qu'au-delà de 500 g/kg, la concentration en sucre avait un effet nettement moins marqué sur les transferts de matière (Collignan et Raoult-Wack, 1992 ; 1994 ; Deumier *et al.*, 1996 ; Bohuon *et al.*, 1998). De même, afin de mieux décrire l'effet du temps de traitement en début de procédé, le facteur réellement injecté dans le plan est le logarithme décimal du temps de traitement ($\log_{10}(t)$). En effet, tous les travaux menés en DII ont montré que l'essentiel des transferts de matière se déroule en début de traitement (Ponting *et al.*, 1966 ; Ponting, 1973 ; Le Maguer, 1988 ; Raoult-Wack *et al.*, 1992 ; Torreggiani, 1993 ; Raoult-Wack, 1994 ; Spiess et Behsmilian, 1998). La matrice des valeurs codées et expérimentales est détaillée en annexe 2.

II.1.6.2.2. Méthodologie statistique associée à l'analyse du plan

Les coefficients de régression sont identifiés et calculés à l'aide du logiciel *Statgraphics (Statistical Graphic System, STSC)*, en se basant sur la méthode des moindres carrés (Draper et Smith, 1981). L'analyse statistique met en jeu une régression multilinéaire et les techniques d'analyse de variance (Draper et Smith, 1981).

Afin de s'assurer de la non-corrélation des résidus, un test de Durbin-Watson est effectué. La statistique d , qui teste l'hypothèse H_0 : «non-corrélation des résidus», doit être proche de 2 si H_0 est vraie (Saporta, 1990).

$$d = \frac{\sum_{i=2}^n (e_i - e_{i-1})^2}{\sum_{i=1}^n e_i^2} \quad \text{Eqn.II.33.}$$

Avec : e_i l'écart résiduel correspondant au point expérimental i
 n le nombre de points expérimentaux

II.1.6.2.3. Validation et optimisation du plan

Considérons le modèle linéaire généralisé écrit sous forme matricielle (annexe 3). L'intervalle de confiance de la valeur prévue Y_0^* pour un individu X_0 est déterminé en considérant que Y_0^* suit une loi normale d'espérance X_0 et de variance

$\sigma \sqrt{1 + X_0' (X' X)^{-1} X_0}$. Par studentisation, la vraie valeur Y_0 peut être encadrée par (Saporta, 1990) :

$$\frac{|Y_0 - Y_0^*|}{\hat{\sigma} \sqrt{1 + X_0' (X' X)^{-1} X_0}} = T_{n-p-1} \quad \text{Eqn.II.34.}$$

Partie II

FAITS EXPERIMENTAUX

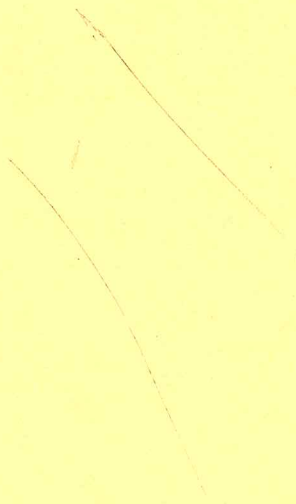
Chapitre 2 RESULTATS

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT IN CHARGE
OF THE BUREAU OF
THE INSULAR AFFAIRS

W. H. HARRIS

U. S. DEPT. OF COMMERCE



CHAPITRE 2

RESULTATS

II.2.1. Caractérisation physico-chimique des solutions ternaires

II.2.1.1. Masse volumique

Le tableau II.1 regroupe les paramètres de l'équation II.26 identifiés à 10 et 25 °C. Les coefficients de régression quadratique correspondant aux masses volumiques à 10 °C des solutions binaires eau-NaCl sont issus de la littérature (Bohuon *et al.*, 1997). Le coefficient de détermination de la même régression quadratique réalisée à 25 °C vaut 0,9999 et la moyenne des écarts relatifs vaut 0,03 %. Ces régressions ont permis de déterminer les paramètres a_1 et a_{11} indiqués dans le tableau. Les régressions quadratiques réalisées sur nos données des solutions binaires eau-DE21 sont caractérisées par des coefficients de détermination proches de 1 et des écarts relatifs moyens de 0,23 % et de 0,18 % respectivement à 10 °C à 25 °C. Ces régressions ont permis de déterminer les paramètres a_2 et a_{22} indiqués dans le tableau II.1. Les régressions réalisées sur les données des solutions ternaires, afin de déterminer les valeurs des coefficients a_{12} à 10 et 25 °C, sont caractérisées par des coefficients de détermination proches de 1 et par des écarts relatifs moyens de 0,46 % et de 0,47 % respectivement à 10 °C et à 25 °C. Toutes les corrélations établies successivement sont légitimes aux deux températures ($P < 10^{-5}$).

Tableau II.1. Détermination expérimentale des paramètres de l'équation II.26

$$V = \frac{1}{\rho_{H_2O}} + a_1 m_1 + a_2 m_2 + a_{11} m_1^2 + a_{22} m_2^2 + a_{12} m_1 m_2$$

Paramètres de l'équation	10 °C	25°C
<i>Coefficients de régression</i>		
$A_1 (\times 10^5)$	1,74**	1,92**
$a_{11} (\times 10^7)$	5,75**	3,94**
$a_2 (\times 10^4)$	6,10**	6,40**
$a_{22} (\times 10^5)$	1,66*	0,15
$a_{12} (\times 10^7)$	-5,88	-14.94*
<i>ERM (%)</i>		
Système NaCl-eau	0,02	0,03
Système DE21-eau	0,23	0,18
Système NaCl-DE21-eau	0,46	0,47

** $P < 10^{-5}$; * $P < 0,01$

ERM : Ecart relatif moyen - Données en annexe 4

m_1 et m_2 sont respectivement les molalités en NaCl et en sirop de glucose.

La figure II.6 représente la masse volumique d'une solution ternaire eau-sel-sirop de glucose à 25 °C en fonction des molalités en sel et en sirop. La masse volumique de la solution est d'autant plus forte que les molalités en sel et en sirop sont élevées. Le facteur principal influençant la masse volumique des solutions ternaires est la concentration en sirop de glucose.

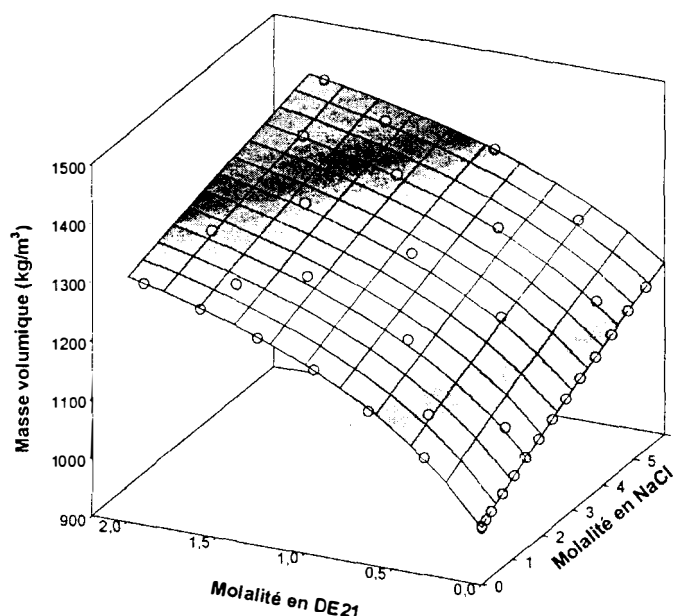


Figure II.6. Masse volumique d'une solution ternaire eau-NaCl-DE21 à 25 °C en fonction des molalités en NaCl et DE21 (mol/kg). ERM < 0,5 %

A 25 °C, le terme d'interaction a_{12} entre les molalités en NaCl et en DE21 est négatif, ce qui témoigne d'un comportement de mélange non idéal. Le volume d'excès est négatif. En revanche, à 10 °C, le terme d'interaction n'est pas significatif.

II.2.1.2. Viscosité dynamique

Le tableau II.2 regroupe les paramètres de l'équation II.27 identifiés à 10 et 25 °C. Les coefficients b_1 , b_{11} et b_{111} sont issus de la littérature, le dernier n'étant pas significatif (Bohuon *et al.*, 1997). Les régressions quadratiques réalisées sur nos données des solutions binaires eau-DE21 sont caractérisées par des coefficients de détermination proches de 1 et par des écarts relatifs moyens de 2,08 % et de 1,71 % respectivement à 10 °C et à 25 °C. Elles ont conduit à l'estimation des coefficients b_2 , b_{22} et b_{222} . Les régressions réalisées sur les données des solutions ternaires sont caractérisées par des coefficients de détermination proches de 1 et par des écarts relatifs moyens de 2,28 % et de 1,73 % respectivement à 10 °C et à 25 °C. Elles ont permis de déterminer les coefficients b_{12} , b_{211} et b_{122} . Toutes les corrélations établies successivement sont légitimes aux deux températures ($P < 10^{-5}$).

La figure II.7 représente le logarithme de la viscosité d'une solution ternaire eau-sel-sirop de glucose à 25 °C en fonction des molalités en sel et en sirop. La viscosité dynamique de la solution est d'autant plus forte que les molalités en sel et en sirop sont élevées. L'effet linéaire de la molalité en sirop de glucose est 87 fois plus fort que celui de la molalité en NaCl. Le facteur principal influençant la masse volumique des solutions ternaires est donc la concentration en sirop de glucose.

Tableau II.2. Détermination expérimentale des paramètres de l'équation II.27

$$\text{Log}_{10}(\eta/\eta_{H_2O}) = b_1 m_1 + b_2 m_2 + b_{11} m_1^2 + b_{22} m_2^2 + b_{12} m_1 m_2 + b_{111} m_1^3 + b_{222} m_2^3 + b_{122} m_1 m_2^2 + b_{211} m_2 m_1^2$$

Paramètres de l'équation	10 °C	25°C
<i>Coefficients de régression</i>		
$b_1 (\times 10^2)$	3,080	3,785
$b_{11} (\times 10^3)$	2,968	1,701
b_2	2,665***	2,557***
b_{22}	-0,587**	-0,707**
b_{222}	0,126*	0,153*
$b_{12} (\times 10^3)$	8,866	-7,333
$b_{211} (\times 10^3)$	-2,080	-1,214
$b_{122} (\times 10^3)$	8,514*	12,60**
<i>ERM (%)</i>		
Système NaCl-eau	0,08	0,22
Système DE21-eau	2,08	1,71
Système NaCl-DE21-eau	2,28	1,73

*** $P < 10^{-4}$; ** $P < 0,05$ * $P < 0,1$

ERM : écart relatif moyen - Données en annexe 5

m_1 et m_2 sont respectivement les molalités en NaCl et en sirop de glucose.

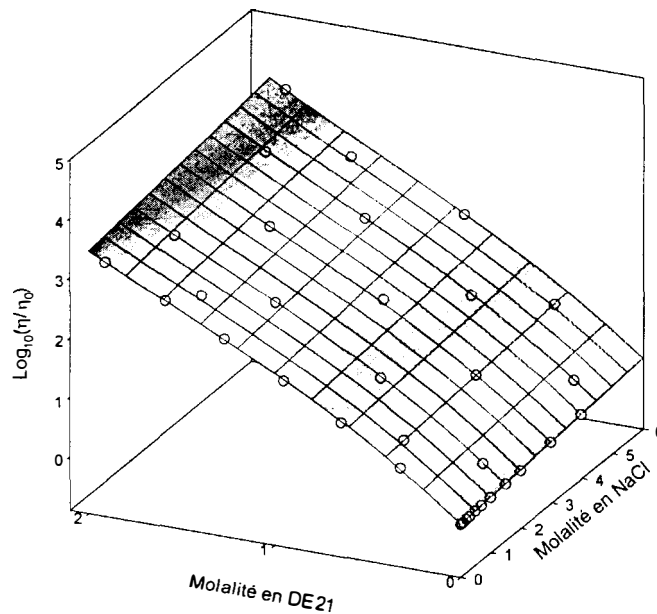


Figure II.7. Logarithme décimal de la viscosité relative d'une solution ternaire eau-NaCl-DE21 à 25 °C en fonction des molalités en NaCl et DE21 (mol/kg). ERM < 2 %

II.2.1.3. Activité de l'eau

Le tableau II.3 regroupe les paramètres de l'équation II.28 identifiés à 25 °C. Les coefficients de régression correspondant aux activités de l'eau des solutions binaires eau-NaCl

sont issus de la littérature (Robinson et Stokes, 1959). Le coefficient de détermination de la régression quadratique réalisée est proche de 1 et la moyenne des écarts relatifs vaut 0,03 %. Cette régression a permis de déterminer les paramètres c_1 et c_{11} indiqués dans le tableau II.3. La régression quadratique réalisée sur les données des solutions binaires eau-DE21 est caractérisée par un coefficient de détermination proche de 1 et un écart relatif moyen de 0,21 %. Cette régression a permis de déterminer les paramètres c_2 et c_{22} . La régression réalisée sur les données des solutions ternaires, afin de déterminer la valeur du coefficient c_{12} , est caractérisée par un coefficient de détermination proche de 1 et par un écart relatif moyen de 2,37 %. Toutes les corrélations établies successivement sont légitimes ($P < 10^{-5}$ dans tous les cas).

Tableau II.3. Détermination expérimentale des paramètres de l'équation II.28

$$A_w = 1 + c_1 m_1 + c_2 m_2 + c_{11} m_1^2 + c_{22} m_2^2 + c_{12} m_1 m_2$$

Paramètres de l'équation 25 °C	
<i>Coefficients de régression</i>	
$c_1 (\times 10^2)$	-3,10**
$c_{11} (\times 10^3)$	-1,51**
$c_2 (\times 10^2)$	-2,01*
$c_{22} (\times 10^3)$	-8,48*
$c_{12} (\times 10^3)$	5,84**
<i>ERM (%)</i>	
Système NaCl-eau	0,03
Système DE21-eau	0,21
Système NaCl-DE21-eau	2,37

** $P < 10^{-5}$; * $P < 0,03$

ERM : Ecart relatif moyen - Données en annexe 6

m_1 et m_2 sont respectivement les molalités en NaCl et en sirop de glucose.

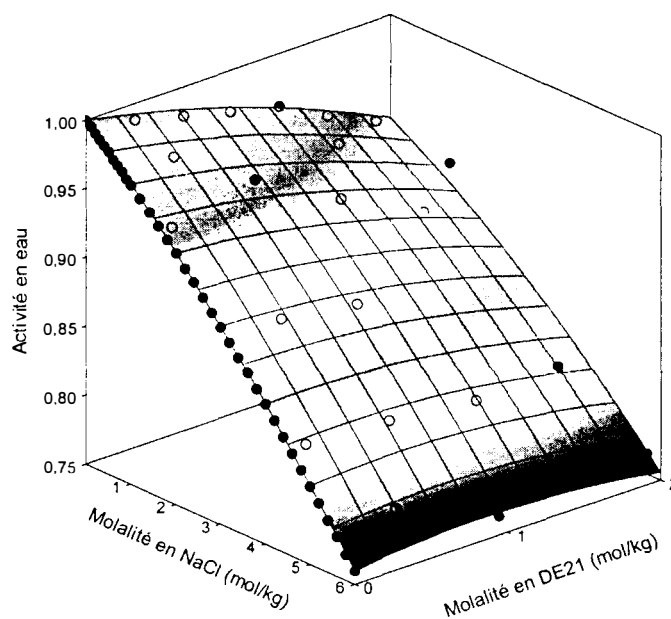


Figure II.8. Activité en eau d'une solution ternaire eau-NaCl-DE21 à 25 °C en fonction des molalités en NaCl et DE21 (mol/kg). ERM < 2,5 %

La figure II.8 représente l'activité de l'eau d'une solution ternaire eau-sel-sirop de glucose à 25 °C en fonction des molalités en sel et en sirop. L'activité de l'eau de la solution est d'autant plus faible que les molalités en sel et en sirop sont élevées. Les effets linéaires et quadratiques des molalités en NaCl et en sirop de glucose sont du même ordre de grandeur. Cependant, dans la gamme des molalités étudiées, le facteur principal influençant l'activité en eau des solutions ternaires est la concentration en sel, qui varie de 0 à 6 molalités, contre 0 à 2 molalités pour la concentration en sirop de glucose. Une solution à 2 molalités de sirop de glucose, ce qui revient à une concentration de 1900 g de sirop/kg d'eau, présente une activité en eau encore très élevée, supérieure à 0,90.

II.2.2. Etude et optimisation du salage/séchage de viande de volaille par DII en solution ternaire à pression atmosphérique

II.2.2.1. Essais cinétiques préliminaires

La figure II.9 représente la PE, le GSt et le GSu observés sur des filets de dinde immergés dans une solution ternaire moyennement concentrée (175 kg de sel et 475 kg de sirop de glucose de DE21 par kg d'eau). Les PE sont supérieures aux GSt, ces derniers étant eux-mêmes supérieurs aux GSu. Dans des conditions de concentration moyennes, le procédé de DII permet néanmoins d'atteindre des PE relativement importantes (18 kg/100 kg m.i.). PE, GSt et GSu sont bien modélisés ($P < 0,01$) par un modèle bi-exponentiel ($R^2 \geq 0,97$). L'utilisation de ce modèle permet de préciser que 50 % des transferts se déroulent pendant les 3 premières heures de traitement. De plus, pour GSt et GSu, 75 % des transferts ont lieu pendant les 7 premières heures de traitement. Par contre, pour PE, 75 % des transferts sont réalisés pendant les 15 premières heures de traitement.

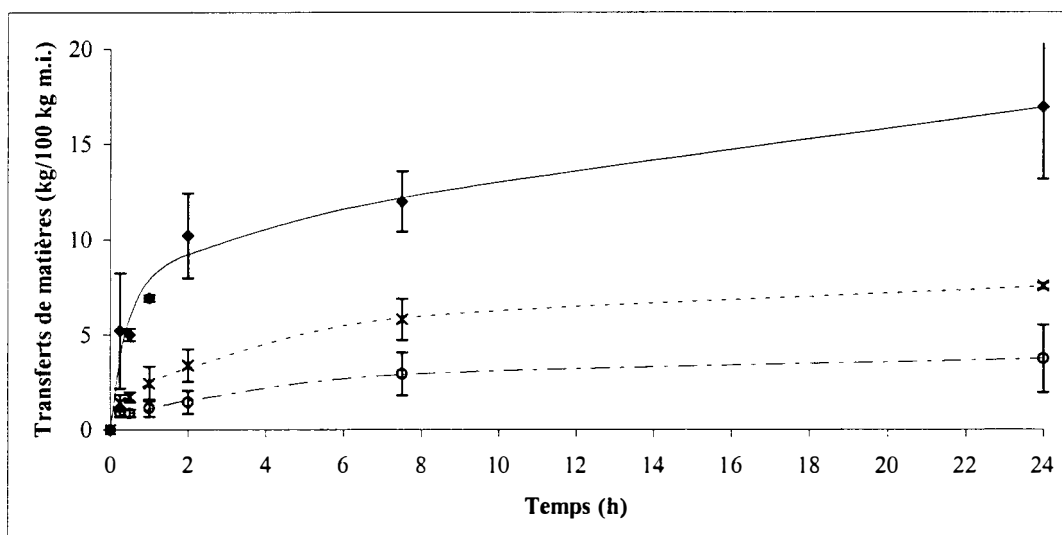


Figure II.9. Evolution en fonction du temps de PE (♦), GSt (x) et GSu (o) obtenus sur des filets de dinde immergés dans une solution ternaire (C_{st}=175 g/kg - C_{su}=475 g/kg)

La figure II.10 présente les différents gains en sucres (GGi) obtenus au cours du temps sur les mêmes filets. Le glucose (¹G) semble être transféré très rapidement dans la viande, GG1 paraissant ne plus augmenter après 15 minutes de traitement. Après 15 minutes,

GG1 vaut 0,45 kg/100 kg m.i. Au bout de 24 h, il atteint 0,56 g/kg m.i. Les cinétiques de GG2 à GG6 peuvent être aussi représentées par un modèle bi-exponentiel ($P < 0,01$ et $R^2 \geq 0,98$ dans tous les cas). Pour GG1, aucun modèle cinétique proposé par *TableCurve 2D* n'aboutit à une régression statistiquement significative.

Une analyse de variance réalisée sur la réponse GG1 montre qu'il existe des différences significatives ($P < 10^{-4}$) entre les GG1 observés aux différents temps de traitement. La variance de GG1 n'est pas statistiquement différente d'un temps de traitement à l'autre. Les GG1 observés à 15 minutes, 30 minutes, 1 h et 2 h ne sont pas significativement différents. Cependant, un groupe constitué des GG1 observés à 24h et 4h54 est significativement différent des premiers points et le GG1 après 7h30 de traitement est significativement supérieur aux GG1 des deux groupes précédents ($P < 0,05$).

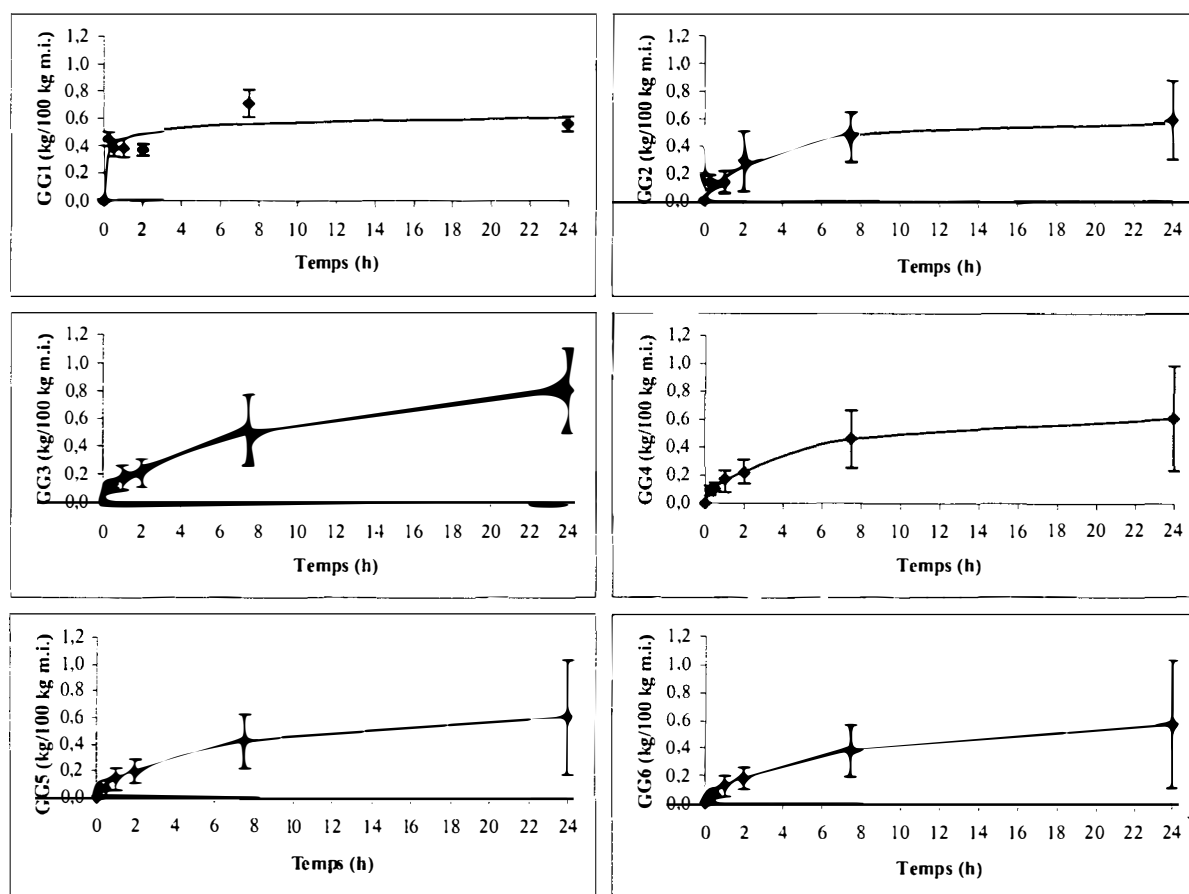


Figure II.10. Evolution en fonction du temps des gains en sucres obtenus sur des filets de dinde immergés dans une solution ternaire ($C_{st}=175$ g/kg - $C_{su}=475$ g/kg) (GGi : gain en oligosaccharide composé de i glucoses)

La figure II.11.a détaille les teneurs en sucres des filets de dinde pour chaque temps de traitement. La figure II.11.b représente la fraction massique correspondant à chaque sucre et rapportée à la teneur en sucre totale pour chaque filet. La teneur en glucose n'augmente pas après 15 minutes de traitement. Cependant, les teneurs en sucres (2G à 6G) de masse molaire supérieure à celle du glucose (171,5 g/mol) augmentent avec le temps de traitement. Pour des durées de traitement inférieures à une heure, le sucre ayant majoritairement diffusé dans la viande est le glucose (30 à 50 % des sucres totaux). Plus les

sucres ont une masse moléculaire élevée, plus leur vitesse de transport est lente. Après une heure de traitement, la composition massique en sucres dans le produit tend vers un équilibre.

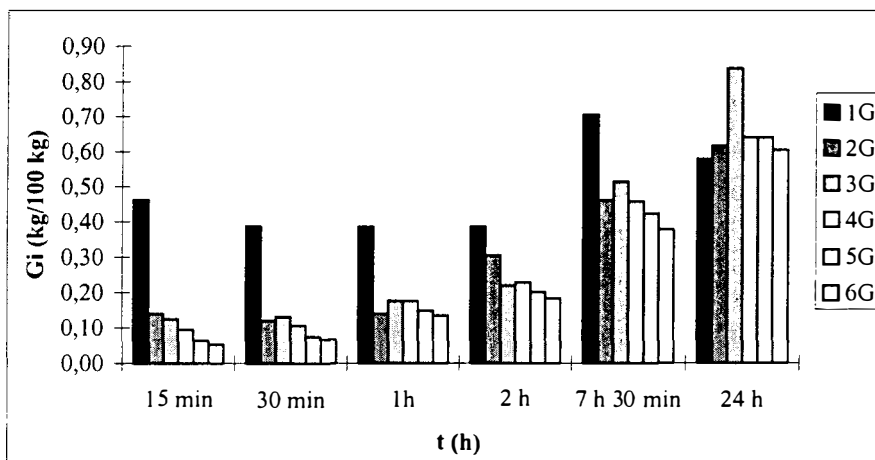


Figure II.11.a. Teneur en sucres de filets de dinde immergés dans une solution ternaire ($C_{st}=175$ g/kg - $C_{su}=475$ g/kg) à différents temps de traitement

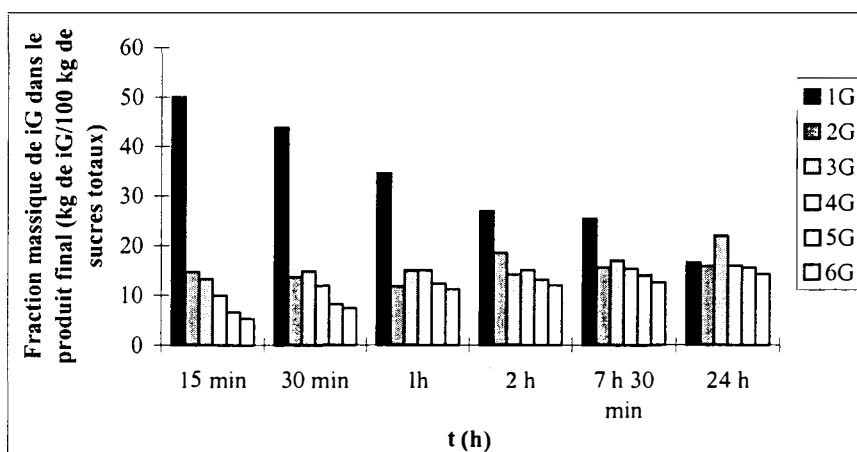


Figure II.11.b. Fraction massique de chaque sucre pour des filets de dinde immergés dans une solution ternaire ($C_{st}=175$ g/kg - $C_{su}=475$ g/kg) à différents temps de traitement

II.2.2.2. Effets des principales variables du procédé sur les transferts de matière

Un plan d'expériences (réseau de Doehlert) a été mis en œuvre pour étudier l'effet du temps de traitement et des concentrations en sel et en sirop de glucose sur les transferts de matière. Le tableau II.4 présente les coefficients issus du calcul de régression multiple (équation II.32) ainsi que leurs seuils de signification pour chacun des paramètres étudiés. Le modèle choisi (polynôme du second degré) explique plus de 94 % de la variabilité des données expérimentales de PE, GSt et GSu (tous les coefficients de détermination sont supérieurs à 0,94) et plus de 90 % de la variabilité des données expérimentales des gains en sucres partiels (tous les coefficients de détermination sont supérieurs à 0,90). D'autre part, pour toutes les réponses, la probabilité associée au défaut d'ajustement (*lack of fit*) n'est jamais significative, ce qui confirme la bonne adéquation du modèle aux données

expérimentales. Enfin, les tests de Durbin-Watson réalisés sur chacune des réponses montrent qu'il n'y a aucune corrélation entre les résidus et l'ordre des expériences.

II.2.2.2.1. Effet sur la perte en eau

Tous les effets linéaires sont positifs et significatifs. L'effet de $\sqrt{C_{su}}$ est 1,5 fois supérieur à celui de $\log_{10}(t)$ et 2,7 fois supérieur à celui de C_{st} . L'effet linéaire de $\sqrt{C_{su}}$ est amplifié par un effet quadratique négatif significatif, ce qui suggère l'existence d'un maximum de PE. Les effets linéaires de C_{st} et de $\log_{10}(t)$ sont tous deux renforcés par des effets quadratiques positifs significatifs. D'autres interactions significatives apparaissent, négative entre C_{st} et $\sqrt{C_{su}}$ et positive entre, d'une part, C_{st} et $\log_{10}(t)$ et, d'autre part, $\sqrt{C_{su}}$ et $\log_{10}(t)$. La figure II.12 représente l'influence de C_{st} et C_{su} sur PE à $t = 4$ h 54 min. Sans sirop de glucose dans la solution, la PE est négative jusqu'à ce que C_{st} atteigne 350 g/kg d'eau. Quand C_{su} augmente jusqu'à 500 g/kg d'eau, PE augmente spectaculairement (de 3 à 23 kg/100 kg m.i.). Cependant, pour des valeurs de C_{su} supérieures à 500 g/kg, la perte en eau se stabilise pour atteindre une valeur limite de 25 kg/100 kg m.i.

II.2.2.2.2. Effet sur le gain en sel

Les effets linéaires de C_{st} et de $\log_{10}(t)$ sont positifs et significatifs. L'effet de C_{st} est 2,5 fois supérieur à celui de $\log_{10}(t)$. L'effet linéaire de C_{st} est renforcé par un effet quadratique négatif significatif, laissant supposer l'existence d'un maximum pour GSt. $\sqrt{C_{su}}$ présente un effet linéaire négatif significatif marqué, amplifié par un effet quadratique positif significatif, qui suggère l'existence d'un minimum pour GSt. Une interaction négative hautement significative entre C_{st} et $\sqrt{C_{su}}$ ainsi qu'une interaction positive fortement significative entre C_{st} et $\log_{10}(t)$ sont constatées.

Tableau II.4. Régression et analyse de variance sur les données du plan d'expérience

Coefficient ^a	PE	GSt	GSu	GG ₁	GG ₂	GG ₃	GG ₄	GG ₅	GG ₆
a ₀	12,844	4,958	1,690	0,543	0,272	0,398	0,215	0,164	0,119
Linéaire									
a ₁	4,452***	4,072***	-0,358	-0,098**	-0,044	-0,062	-0,081*	-0,039	-0,028
a ₂	12,225***	-3,159***	1,597***	0,319***	0,304***	0,405**	0,248**	0,183**	0,146**
a ₃	7,784***	1,641***	0,693**	-0,024	0,142**	0,206**	0,151**	0,121**	0,102**
Quadratique									
a ₁₁	5,581**	-2,352**	0,1257	0,002	-0,026	-0,060	0,091	0,050	0,047
a ₂₂	-9,105**	2,146**	-0,310	-0,160**	0,016	-0,020	-0,067	-0,046	-0,030
a ₃₃	4,294**	-0,183	0,148	-0,004	0,037	0,065	0,017	0,017	0,018
Interaction									
a ₁₂	-1,529*	-2,550***	-0,209	-0,096**	-0,019	-0,033	-0,046	-0,011	-0,003
a ₁₃	2,865**	1,200**	-0,105	-0,019	-0,022	-0,017	-0,032	-0,007	-0,001
a ₂₃	5,432***	-0,460	0,663*	-0,038	0,143**	0,194*	0,146**	0,118**	0,103**
R ²	0,94	0,95	0,94	0,94	0,91	0,93	0,93	0,92	0,90

^a Les indices 1, 2 et 3 font référence respectivement aux variables C_{st} , $\sqrt{C_{su}}$ et $\log_{10}(t)$

***, **, * Coefficient significatif à P<1 %, P<5 % et P<10 % respectivement

Données en annexe 7

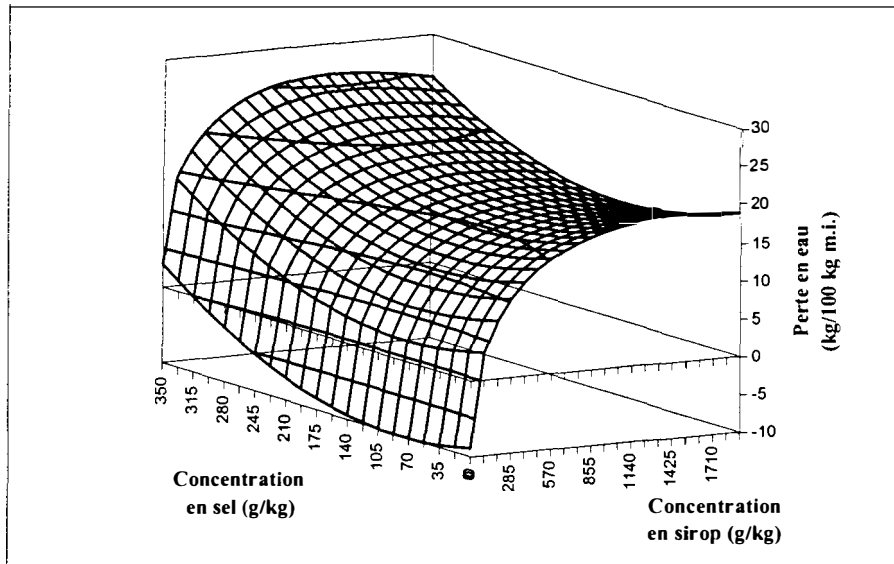


Figure II.12. Perte en eau d'un filet de dinde immergé pendant 4 h 54 minutes dans une solution ternaire en fonction des concentrations en sel et en sirop de glucose

La figure II.13 présente l'influence de C_{st} et de C_{su} sur GSt après 4 h 54 min de traitement par DII. Pour des valeurs de C_{su} basses, GSt augmente fortement avec C_{st} . Ainsi, en l'absence de sirop de glucose dans la solution, GSt varie de 0 ($C_{st}=0$ g/kg) à 14,5 kg/100 kg m.i. ($C_{st}=350$ g/kg). Plus C_{su} augmente, plus GSt diminue, toutes choses égales par ailleurs. Ainsi, à $C_{su}=1900$ g/kg, GSt varie de 0 ($C_{st}=0$ g/kg) à 3,12 kg/100 kg m.i. ($C_{st}=350$ g/kg), en passant par un maximum de 4,19 ($C_{st}=228$ g/kg). Entre une solution sans sirop et une solution à 1900 g/kg de sirop, GSt diminue de 78,5 %. L'essentiel de la diminution de GSt s'exprime entre 0 et 500 g de sirop/kg d'eau. Au-delà de 500 g/kg, GSt devient indépendant de C_{su} .

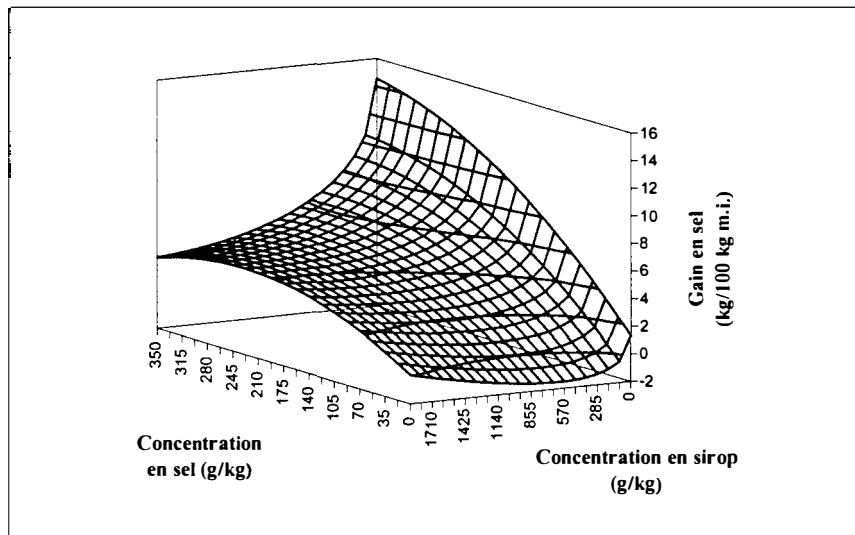


Figure II.13. Gain en sel d'un filet de dinde immergé pendant 4 h 54 minutes dans une solution ternaire en fonction des concentrations en sel et en sirop de glucose

II.2.2.2.3. Effet sur le gain en sucres

$\sqrt{C_{su}}$ et $\log_{10}(t)$ présentent tous deux un effet linéaire positif significatif ainsi qu'une interaction positive significative, qui met en évidence une synergie entre ces deux facteurs. L'effet linéaire de $\sqrt{C_{su}}$ est 2,3 fois plus élevé que celui de $\log_{10}(t)$. La figure II.14 représente l'influence de C_{st} et de C_{su} sur GS_t à $t = 4$ h 54 min. La valeur de GS_u la plus élevée (3,75 kg/100 kg m.i.) est atteinte lorsque les filets de dinde sont immergés dans la solution la plus concentrée en sirop et sans sel.

II.2.2.2.4. Effets sur les gains en 1G , 2G , 3G , 4G , 5G et 6G

GG_1 (gain en glucose) est indépendant de $\log_{10}(t)$. $\sqrt{C_{su}}$ a un effet linéaire positif significatif sur GG_1 , amplifié par un effet quadratique négatif significatif sur GG_1 . L'effet linéaire négatif de C_{st} est significatif et 3,2 fois inférieur en valeur absolue à celui de $\sqrt{C_{su}}$.

Pour tous les sucres de masse moléculaire supérieure à celle du glucose (2G à 6G), les effets linéaires et l'interaction entre $\log_{10}(t)$ et $\sqrt{C_{su}}$ sont positifs et significatifs. L'effet linéaire de $\sqrt{C_{su}}$ est toujours plus important que celui de $\log_{10}(t)$, mais le rapport entre les deux diminue lorsque la masse moléculaire du sucre augmente. Ainsi, pour GG_2 (gain en maltose) et pour GG_6 , l'effet linéaire de $\sqrt{C_{su}}$ est respectivement 2,1 et 1,4 fois supérieur à celui de $\log_{10}(t)$. Les réponses GG_i sont globalement indépendantes de C_{st} (à l'exception d'un effet linéaire négatif faiblement significatif pour GG_4).

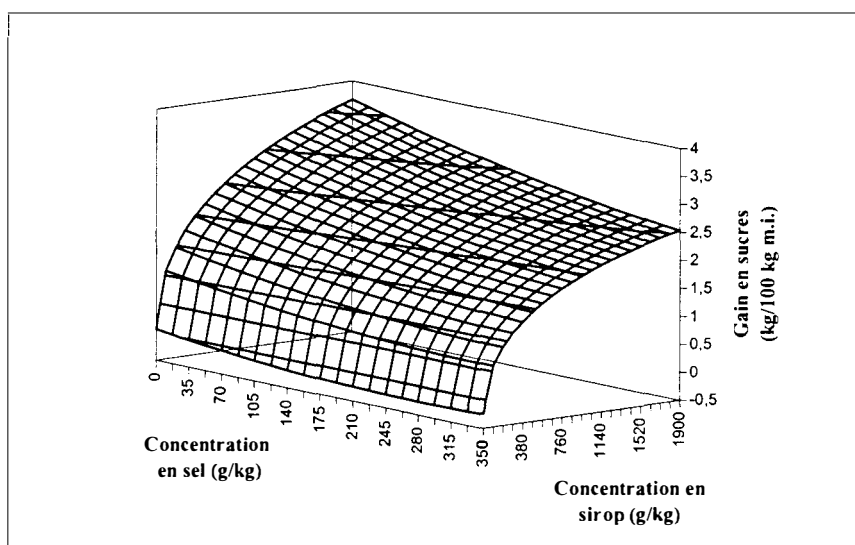


Figure II.14. Gain en sucres d'un filet de dinde immergé pendant 4 h 54 minutes dans une solution ternaire en fonction des concentrations en sel et en sirop de glucose

II.2.2.2.5. Effet de C_{st} et de C_{su} sur la répartition des sucres transportés dans le produit

La figure II.15 représente l'influence de C_{st} sur la répartition massique des sucres qui imprègnent le produit, pour des valeurs identiques de C_{su} (475 g/kg d'eau) et de temps de traitement (4 h 54 min). Il apparaît que C_{st} a peu d'influence sur la répartition des différents sucres (1G à 6G), les produits traités dans des solutions concentrées en sirop de glucose ayant

des profils de composition en sucres (en %) très proches. L'analyse de variance montre qu'il existe néanmoins une différence significative entre les proportions de 1G selon C_{st} ($P < 0,05$). Plus C_{st} augmente, plus la proportion de 1G est importante et vaut 28, 35 et 41 % pour des valeurs de C_{st} respectivement de 0, 175 et 350 g/kg d'eau. De même, la proportion de 4G est significativement différente selon que C_{st} vaut 0 g/kg ou 350 g/kg ($P < 0,05$). Par contre, aucune différence significative n'est mise évidence entre les proportions de 2G , 3G , 5G et 6G .

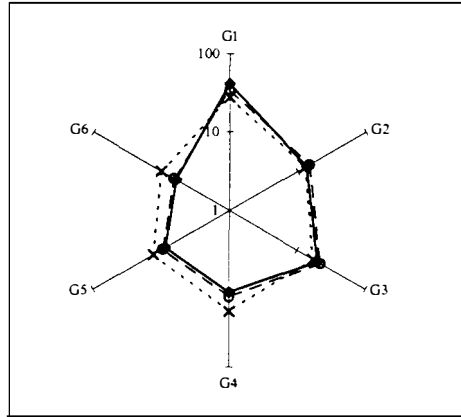


Figure II.15. Effet de la concentration en sel sur les fractions massique (%) des sucres 1G rapportées à la masse totale de sucres transférés dans des filets de dinde immergés pendant 4 h 54 min dans une solution contenant 475 g de sirop/kg d'eau
 $C_{st}=350$ g/kg (◆), $C_{st}=175$ g/kg (×) et $C_{st}=0$ g/kg (●)

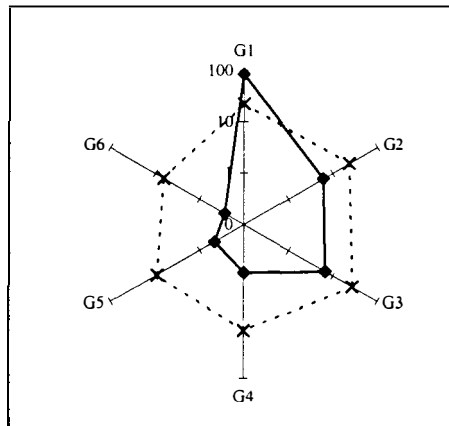


Figure II.16. Effet de la concentration en sirop sur les fractions massique (%) des sucres 1G rapportées à la masse totale de sucres transférés dans des filets de dinde immergés pendant 4 h 54 min dans une solution contenant 263 g de sel/kg d'eau
 $C_{su}=9$ g/kg (◆) et $C_{su}=1654$ g/kg (×)

Les figures II.16 et II.17 représentent l'influence de C_{su} sur la répartition (en %) des sucres qui imprègnent le produit, pour des temps de traitement identiques (4 h 54 min) et pour des valeurs identiques de C_{st} , valant respectivement 263 et 88 g/kg d'eau. A $C_{st}=263$ g/kg, des différences significatives notables entre les proportions des différents sucres ($P < 0,05$), selon que C_{su} vaut 9 ou 1654 g/kg, sont relevées. De même, à $C_{st}=88$ g/kg, des différences significatives notables entre les proportions de $G1$, $G3$, $G4$, $G5$ et $G6$ ($P < 0,001$), selon que C_{su} vaut 9 ou 1654 g/kg, sont relevées. A $C_{st}=88$ g/kg, les proportions de $G2$ ne sont pas statistiquement différentes selon que C_{su} vaut 9 ou 1654 g/kg. Quelle que soit C_{st} , plus la concentration en sirop de glucose de la solution est faible, moins les sucres de masse moléculaire élevée imprègnent le produit, le glucose représentant massiquement environ 90 %

des sucres qui imprègnent la viande dans ces conditions. Pour des C_{su} plus importantes, tous les sucres imprègnent le produit. La figure II.18 représente l'effet de C_{su} sur la répartition des gains en sucres modélisés et confirme l'observation réalisée. A $C_{su} = 10$ g/kg, GG1 représente plus de 60 % des transferts de sucres.

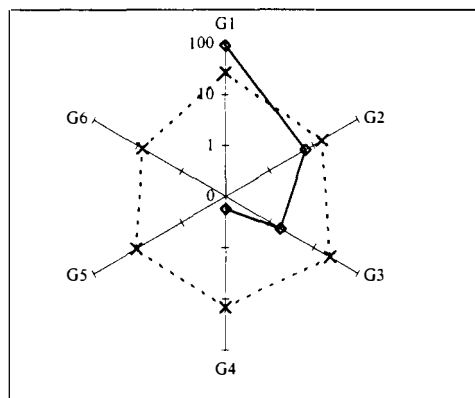


Figure II.17. Effet de la concentration en sirop sur les fractions massique (%) des sucres 1G rapportées à la masse totale de sucres transférés dans des filets de dinde immergés pendant 4 h 54 min dans une solution contenant 88 g de sel/kg d'eau
 $C_{su}=9$ g/kg (♦) et $C_{su}=1654$ g/kg (×)

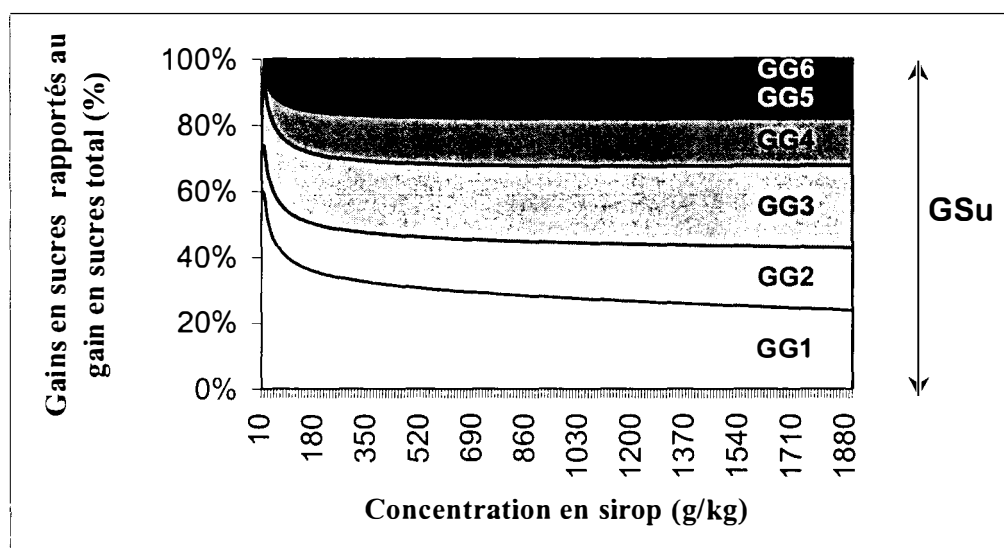


Figure II.18. Effet de la concentration en sirop sur les proportions représentées par chaque gain en sucre par rapport au gain en sucre total massique (%) dans le cas de filets de dinde immergés pendant 4 h 54 dans une solution contenant 88 g de sel/kg d'eau

II.2.2.3. Optimisation du procédé et validation du plan

Quatre optimisations ont été menées sur la base de produits du commerce, à partir des résultats du plan. Les conditions opératoires sont présentées dans le tableau II.5 et les résultats sont détaillés dans le tableau II.6 et représentés visuellement sur la figure II.19. Pour les quatre produits, les valeurs prédites par le modèle et les valeurs expérimentales ne sont pas significativement différentes, que ce soit pour PE, GSt ou GSu. Notons que le contretypage du jambon sec conduit à une très critiquable extrapolation des résultats du plan en dehors du domaine expérimental. Ce point montre simplement qu'il est possible de formuler par DII un

produit de type jambon sec. sans idée d'extrapolation de la validité du plan en dehors du domaine initial

Tableau II.5. PE et GSt permettant de contretyper les produits du commerce choisis pour la validation du plan et conditions expérimentales de DII calculées pour les obtenir

Produit	Transferts de matières		Conditions opératoires de DII		
	PE	GSt	C _{st}	C _{su}	Durée
Filet fumé	11.48	2.26	119	766	2h02
Bacon	15.18	2.82	304	1026	1h22
Magret	32.09	2.12	59	1900	24h
Jambon sec	46.46	1.77	56	1751	67h25

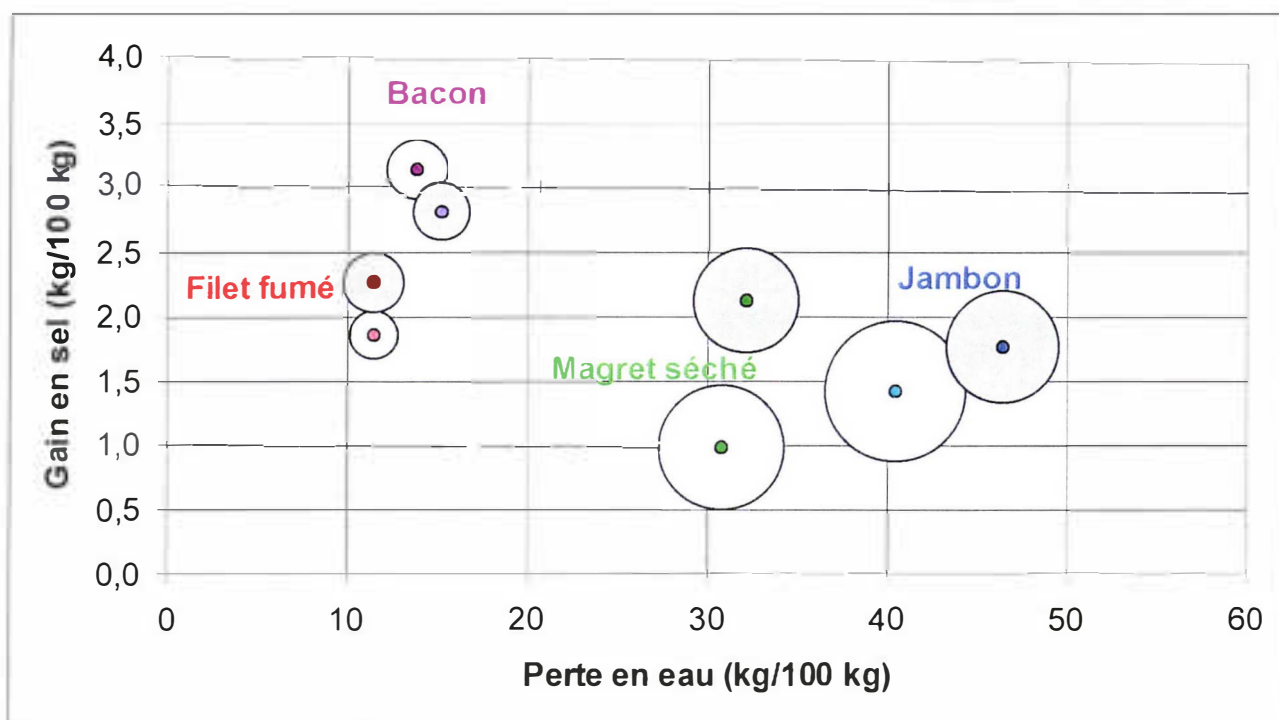


Figure II.19 Comparaison des pertes en eau, gains en sel et gains en sucres expérimentaux () et prédits par le modèle (●). Le rayon des bulles correspond au gain en sucres.

Tableau II.6. Validation du plan d'expérience – Valeurs et intervalles de confiance à 95 % pour les PE, GSt et GSu expérimentaux et théoriques obtenus sur les points de fonctionnement choisis

Produit	PE		GSt		GSu	
	Exp.	Théor.	Exp.	Théor.	Exp.	Théor.
Filet fumé	11,02 [8,74-13,29]	11,48 [5,15-17,80]	1,90 [1,80-2,00]	2,26 [0,29-4,23]	1,50 [1,22-1,78]	1,79 [1,08-2,50]
Bacon	14,25 [13,08-15,43]	15,18 [8,47-21,89]	3,30 [3,00-3,59]	2,82 [0,73-4,90]	1,85 [1,73-1,98]	1,46 [0,70-2,21]
Magret	30,70 [29,01-32,40]	32,09 [24,55-39,62]	0,99 [0,95-1,02]	2,12 [-0,22-4,46]	6,83 [5,82-7,83]	4,98 [4,13-5,83]
Jambon sec	40,90 [40,14-41,66]	46,46 [35,34-57,58]	1,39 [1,35-1,44]	1,77 [-1,68-5,22]	7,42 [5,65-9,20]	6,00 [4,75-7,25]

II.2.3. Etude des transports de matière en IVP appliquée à la viande de dinde

II.2.3.1. Essais préliminaires d'immersion sous vide stationnaire

La figure II.20 présente les cinétiques de transferts de matière (PE et GSt) sur des filets de dinde immergés dans une solution ternaire concentrée, d'une part à pression atmosphérique et d'autre part sous vide stationnaire ($P_v = 20$ kPa). Dans le cas du traitement sous vide stationnaire, la remise à pression atmosphérique a été réalisée juste avant la fin de chaque essai, les filets traités restant immergés dans la solution.

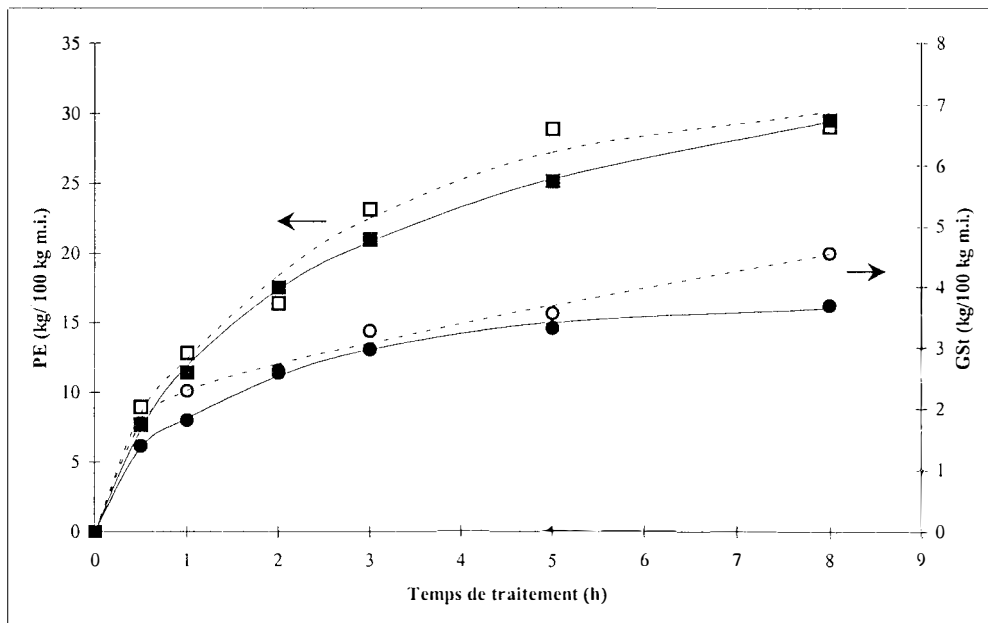


Figure II.20. Cinétiques de PE et GSt en DII sous vide stationnaire (20 kPa) et à pression atmosphérique de filets de dinde ($70 \times 50 \times 10$ mm³) immergés dans une solution ternaire concentrée ($C_{st}=350$ g/kg et $C_{su}=1200$ g/kg) à + 10 °C
PE à $P_v=20$ kPa (□), PE à P_{atm} (■), GSt à $P_v=20$ kPa (○) et GSt à P_{atm} (●)

L'observation de ces cinétiques ne fait pas apparaître de différence flagrante entre les deux traitements, même si les PE et les GSt paraissent plus marqués sous vide. L'analyse de variance progressive montre qu'il n'existe aucune différence significative entre les PE obtenues sous vide et à pression atmosphérique, quel que soit le temps de traitement. Cependant, le GSt obtenu sous vide est significativement plus important que celui obtenu à pression atmosphérique pour des durées de traitement d'une demi-heure et de 8 heures ($P < 0,01$). Pour toutes les autres durées de traitement, les GSt observés à pression atmosphérique et sous vide ne sont pas significativement différents. Il semble donc que la DII sous vide stationnaire en conditions de déshydratation ne modifie que très peu les transferts de matière. PE et GSt à pression atmosphérique et sous pression résiduelle sont bien représentées ($P < 0,01$) par un modèle bi-exponentiel ($R^2=0,99$).

II.2.3.2. Mise en évidence des principaux effets de l'IVP sur la viande

II.2.3.2.1. Sur le rendement massique

La figure II.21 représente les cinétiques de variation de masse de filets de dinde immergés en solution binaire saturée en sel à pression atmosphérique et sous IVP ($t_0=100$ s ; $t_1=300$ s ; $t_2=300$ s ; $t_3=20$ s). L'observation des cinétiques permet de constater que la variation de masse évolue très différemment selon que le procédé est conduit à pression atmosphérique ou sous IVP. En effet, la variation de masse subie à pression atmosphérique est toujours négative (perte de masse), suit une cinétique de type bi-exponentielle et augmente en valeur absolue avec la durée de traitement. Par contre, sous IVP, ΔM est toujours positive et passe par un extremum entre 72 et 240 min et s'annule au bout de 240 min de traitement.

Statistiquement, ΔM sous IVP est significativement supérieure à ΔM à pression atmosphérique pour 12 min ($P<0,1$), 36 min, 72 min et 240 min ($P<0,05$) de traitement. A 24 min de traitement les ΔM observées à pression atmosphérique et sous IVP ne sont pas statistiquement différentes. Le procédé d'IVP induit donc une augmentation significative de la variation de masse des filets de dinde par rapport à ce qui est observé en saumurage à pression atmosphérique. A pression atmosphérique, les filets subissent une perte de masse alors que le rendement sous IVP est supérieur à 100 %.

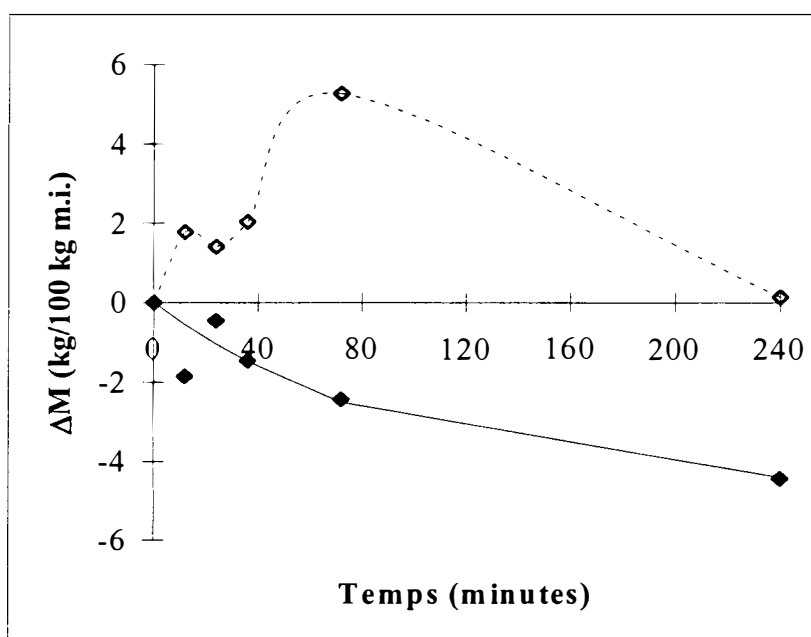


Figure II.21. Cinétiques de ΔM de filets de dinde ($70 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$) immergés dans une solution binaire ($C_{st}=350 \text{ g/kg}$) à $+10^\circ\text{C}$
 $P_v=20 \text{ kPa}$ (◻) et à P_{atm} (◆)

II.2.3.2.2. Sur le gain en soluté

La figure II.22 représente les cinétiques de GST de filets de dinde immergés en solution binaire saturée en sel à pression atmosphérique et sous IVP ($t_0=100$ s ; $t_1=300$ s ; $t_2=300$ s ; $t_3=20$ s). Les cinétiques de GST à pression atmosphérique et sous IVP ont des allures

semblables. Cependant, le GSt sous IVP est toujours supérieur au GSt à pression atmosphérique

D'un point de vue statistique, à 12 et 24 minutes de traitement, les différences sur GSt entre pression atmosphérique et IVP ne sont pas statistiquement significatives. Néanmoins, GSt sous IVP est significativement supérieure à GSt à pression atmosphérique pour 36 min ($P < 0,1$), 72 min et 240 min ($P < 0,05$) de traitement. Le procédé d'IVP induit donc une augmentation globalement significative du GSt.

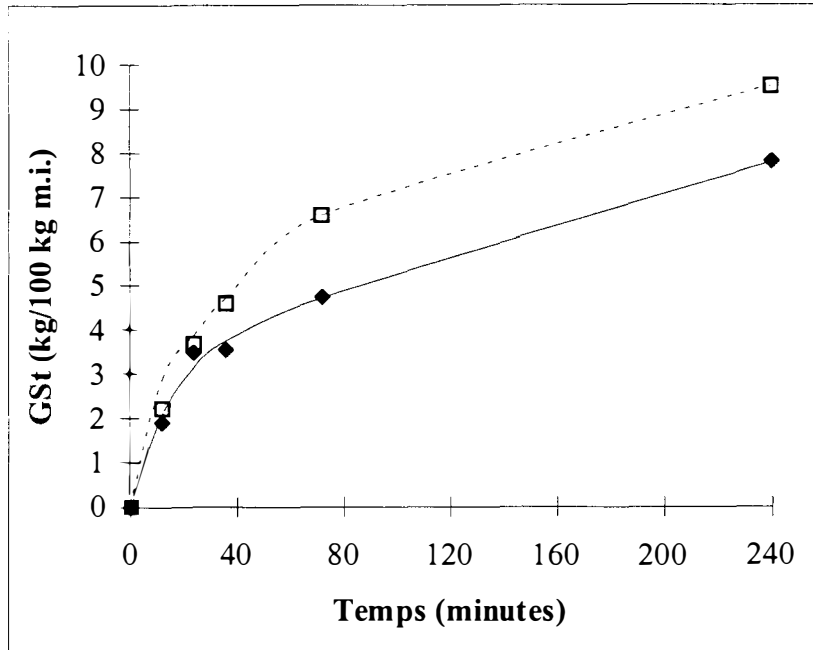


Figure II.22. Cinétiques de GSt de filets de dinde ($70 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$) immergés dans une solution binaire ($C_{st} = 350 \text{ g/kg}$) à $+ 10^\circ \text{C}$
 $P_v = 20 \text{ kPa}$ (□) et à P_{atm} (◆)

II.2.3.2.3. Sur la perte en eau

La figure II.23 représente les cinétiques de PE de filets de dinde immergés en solution binaire saturée en sel à pression atmosphérique et sous IVP ($t_0 = 100 \text{ s}$; $t_1 = 300 \text{ s}$; $t_2 = 300 \text{ s}$; $t_3 = 20 \text{ s}$). A l'instar de GSt, les cinétiques de PE à pression atmosphérique et sous IVP ont des formes semblables. Cependant, la PE sous IVP est toujours inférieure à la PE à pression atmosphérique

L'analyse de variance réalisée point par point sur la cinétique montre que PE sous IVP est significativement inférieure à PE observée à pression atmosphérique pour 12 min ($P < 0,1$), 36 min, 72 min et 240 min ($P < 0,05$) de traitement. Néanmoins, à 24 min de traitement, les différences entre PE à pression atmosphérique et PE sous IVP ne sont pas statistiquement significatives. Cependant, le procédé d'IVP induit donc une diminution globalement significative de la PE.

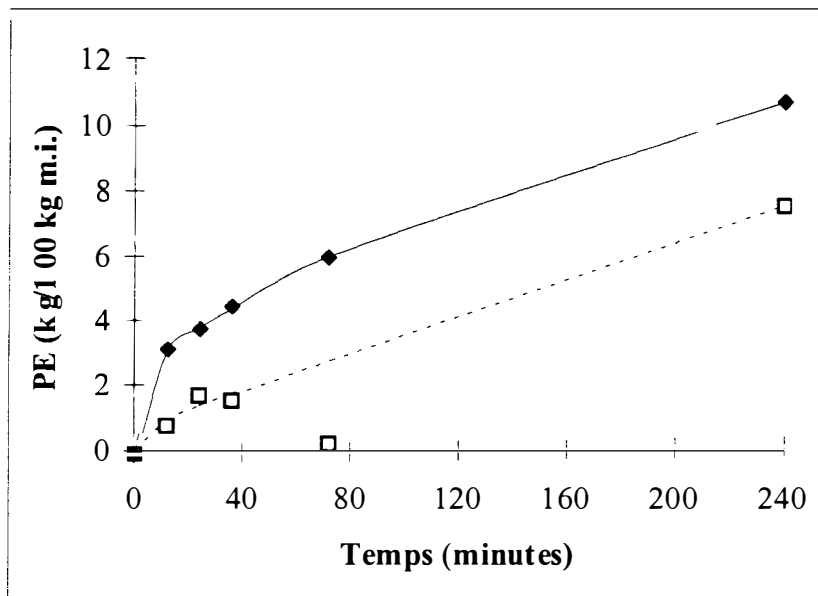


Figure II.23. Cinétiques de PE de filets de dinde ($70 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$) immergés dans une solution binaire ($C_{st}=350 \text{ g/kg}$) à $+ 10^\circ \text{C}$
 $P_v=20 \text{ kPa}$ (\square) et à P_{atm} (\blacklozenge)

II.2.3.2.4. Sur les transferts de matière après 120 heures de traitement

Le tableau II.7 présente les transferts de matière obtenus en IVP et en IPA après 120 heures d'immersion dans une solution saturée en NaCl à 10°C . Après 120 heures de traitement, les transferts de matière obtenus en IVP, PE et GSt, sont significativement différents ($P < 0,05$) de ceux observés en IPA. Sous IVP, PE et GSt sont respectivement significativement plus faible et plus fort qu'en IPA. Cependant, les concentrations en sel dans la phase aqueuse des produits traités par IPA et IVP ne sont pas significativement différentes. Néanmoins, ces concentrations n'ayant pas encore atteint 350 g/kg , l'équilibre entre le produit et la solution n'a pas été atteint.

Tableau II.7. Comparaison des transferts de matière obtenus après 120 heures d'immersion en IPA et en IVP à 10°C

Traitement	PE (kg/100 kg)	GSt (kg/100 kg)	Concentration en NaCl dans la phase aqueuse du produit (g/kg d'eau)
IPA	16,06	18,33	318
IVP	9,42	20,61	320

II.2.3.3. Mise en évidence des phénomènes hydrodynamiques en IVP

II.2.3.3.1. Essais d'IVP en solution faiblement concentrée

La figure II.24 représente les cinétiques de variations de masse subies par des filets de dinde immergés en solution faiblement concentrée en sel ($C_{st}=1 \text{ g/kg}$) sous IVP et à pression atmosphérique, afin de limiter au maximum les transferts par diffusion.

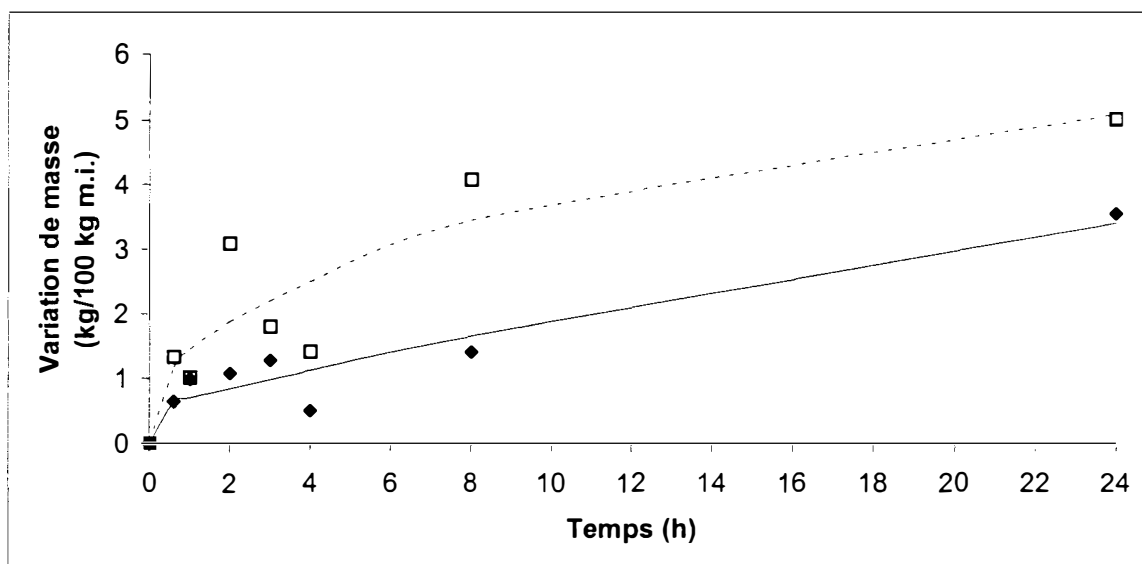


Figure II.24. Cinétiques de variation de masse pour des filets de dinde immergés en solution faiblement concentrée sous IVP et à pression atmosphérique
Patm (◆) et IVP (□)

En IVP le gain de masse est toujours supérieur au gain de masse observé à pression atmosphérique. Les ΔM obtenues à pression atmosphérique et en IVP ne sont pas statistiquement différentes à 36 minutes, 1 heure et 3 heures mais présentent des différences significatives à 2 heures, 4 heures, 8 heures et 24 heures ($P < 0,05$). Notons que les gains en sels observés pour tous les points sont proches de l'erreur expérimentale et varient entre 0,07 et 0,09 kg/100 kg m.i.

II.2.3.3.2. Etudes cinétiques

Les figures II.25 et II.26 représentent l'estimation de la quantité de solution transportée dans des filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel en IVPI, à 10 et 25 °C. Les estimations ont été calculées à l'aide des équations II.21, II.22 et II.23.

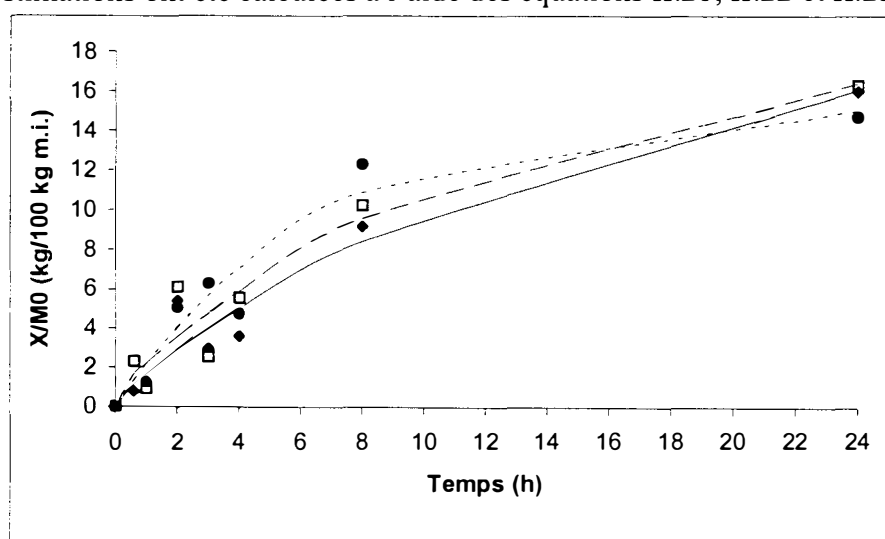


Figure II.25. Estimation de la quantité théorique de solution transportée dans le produit par IVPI en solution saturée en sel à 20 °C. Estimations réalisées à partir de ΔM (◆), de PE (□) et de GSt (●)

Les estimations réalisées à partir de ΔM , de PE et de GSt diffèrent quelque peu, notamment l'estimation réalisée à partir de GSt par rapport aux deux autres, qui semblent plus proches. Cependant, l'allure de l'estimation reste identique, ce qui étaye quelque peu l'hypothèse d'une infiltration de la solution concentrée dans la matrice viande.

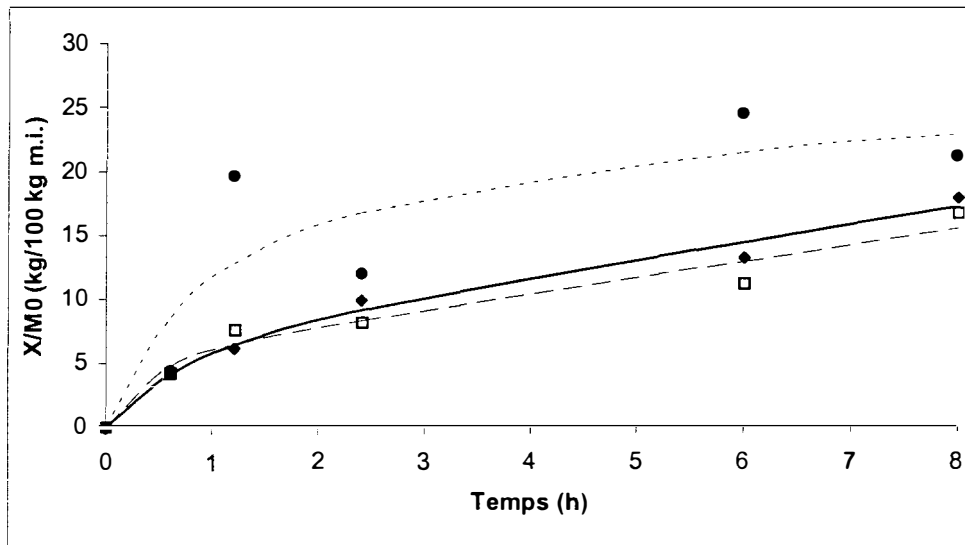


Figure II.26. Estimation de la quantité théorique de solution transportée dans le produit par IVPI en solution saturée en sel à 25 °C. Estimations réalisées à partir de ΔM (◆), de PE (□) et de GSt (●)

II.2.3.3.3. Etudes par profils de concentration

Les figures II.27 et II.28 représentent respectivement les profils de teneur en sel et en eau de filets de dinde de 2 cm d'épaisseur immergés sous IVPI et à pression atmosphérique dans une solution saturée en sel, pour différents temps de traitement.

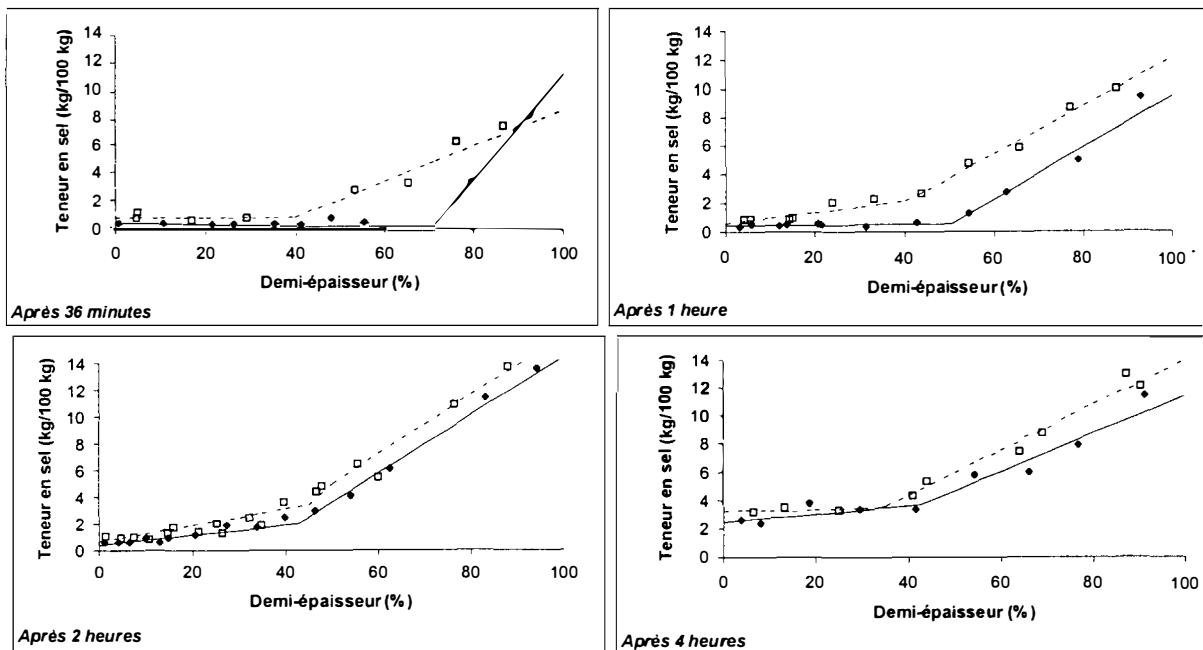


Figure II.27. Profils de concentration en sel de filets de dinde immergés en solution saturée en sel sous IVPI et à pression atmosphérique à différents temps de traitement (◆) Patm et (□) IVP

L'observation de la figure II.27 semble indiquer qu'il existe des différences entre les profils de concentration en sel obtenus en IVPI et à pression atmosphérique. Néanmoins, ces différences s'estompent lorsque le temps de traitement augmente. Pour les produits traités à pression atmosphérique, on observe un plateau de concentration du centre jusqu'à une valeur qui diminue avec le temps de traitement. Entre cette valeur plateau et la surface du produit, on observe une forte pente, qui indique l'existence d'un fort gradient de concentration dans le produit. Cependant, cette pente s'adoucit quand le temps de traitement augmente. Si les allures des profils obtenus en IVPI sont assez similaires à ceux obtenus à pression atmosphérique, on peut pourtant remarquer que la pente est nettement plus faible et que le plateau est nettement plus court, ce qui traduit un gradient de concentration dans le produit plus faible qu'à pression atmosphérique. Ces résultats peuvent être illustrés par le tableau II.8, qui présente les paramètres de l'équation II.30 obtenus par régression :

Tableau II.8. Valeurs obtenues par régression pour les paramètres de l'équation II.31 relative au profil de concentration en sel

Paramètre	36 min		1h		2h		4h	
	Patm	IVP	Patm	IVP	Patm	IVP	Patm	IVP
<i>A</i>	0	0	0	0,04	0,04	0,06	0,03	0,01
<i>B</i>	0,34	0,75	0,43	0,59	0,43	0,70	2,43	3,20
<i>C</i>	0,38	0,13	0,18	0,17	0,22	0,22	0,13	0,16
<i>D</i>	-26,48	-4,39	-8,58	-4,62	-7,28	-6,00	-2,05	-1,94
<i>S</i>	71,39	39,84	50,43	40,47	42,76	45,00	42,67	33,83
Coeff. Corr.	0,9979	0,9676	0,9819	0,9904	0,9953	0,9769	0,9502	0,9818

Les coefficients de corrélation entre valeurs expérimentales et prédites par le modèle sont tous supérieurs à 0,95. Le paramètre *b* correspond à la concentration au sel à cœur. Il augmente avec le temps de traitement, à la fois en IVPI et à pression atmosphérique. D'autre part, *b* est toujours plus élevé en IVPI qu'à pression atmosphérique, ce qui indique que les produits traités en IVPI sont plus salés à cœur que ceux traités à pression atmosphérique. Le paramètre *a* correspond au gradient de concentration en sel à cœur. Il est nul pour les temps de traitement les plus courts, puis il prend des valeurs de très faible magnitude. On peut donc considérer que dans tous les cas, le cœur du produit présente une zone de quasi iso-concentration. *S* correspond à la longueur de ce plateau d'iso-concentration à cœur. Il diminue avec le temps de traitement, aussi bien en IVPI qu'à pression atmosphérique. D'autre part, il est plus court en IVPI, ce qui témoigne d'un traitement plus homogène par ce procédé, les produits obtenus étant plus homogènes en terme de teneur en sel. Le paramètre *c* est le gradient de concentration en sel dans la partie du produit la plus proche de la surface. Dans tous les cas, *c* est plus grand que *a*, ce qui traduit le fait que le gradient est toujours plus fort au voisinage de la surface qu'à cœur. D'autre part, *c* a tendance à diminuer avec le temps de traitement dans le cas d'un traitement à pression atmosphérique. Le gradient de concentration dans la partie la plus externe du produit est donc plus fort en début de traitement. Par contre, la valeur de *c* ne semble pas être dépendante du temps de traitement en IVP. Enfin, *c* est un peu plus fort à pression atmosphérique qu'en IVP. Le traitement par IVP induirait donc un gradient de concentration plus faible dans la partie la plus externe du produit.

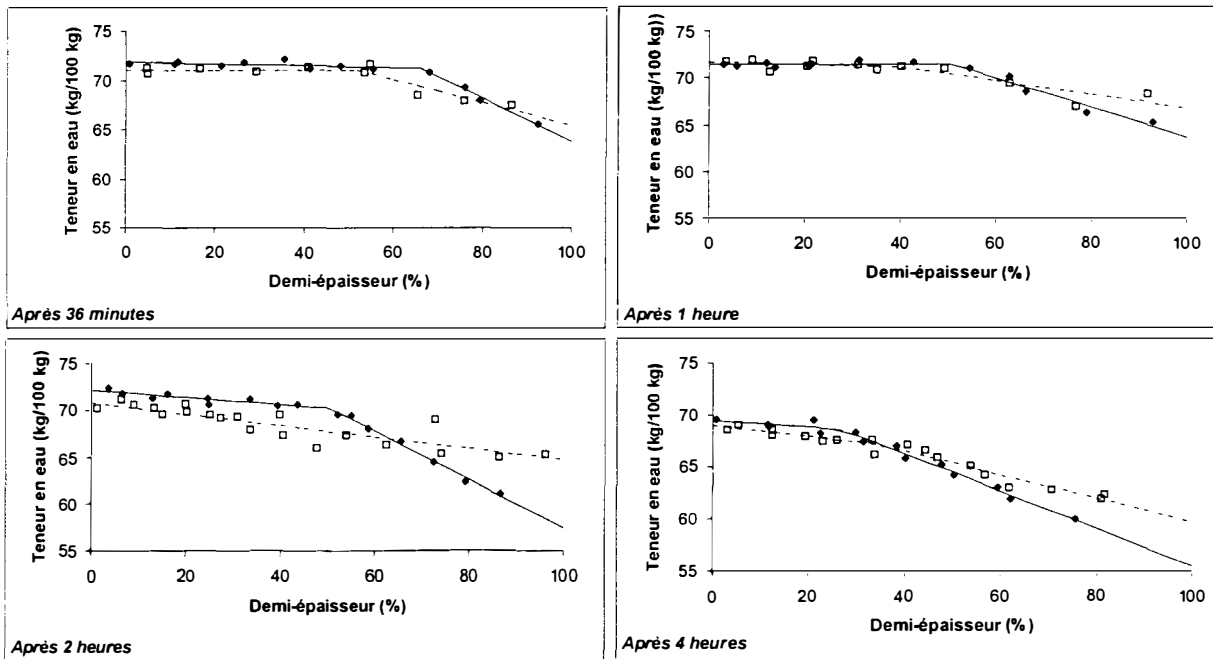


Figure II.28. Profils de concentration en eau de filets de dinde immergés en solution saturée en sel sous IVPI et à pression atmosphérique à différents temps de traitement (◆) Patm et (□) IVP

L'observation de la figure II.28 paraît montrer que les profils de teneur en eau des produits traités en IVPI et à pression atmosphérique présentent quelques différences, ces différences s'accroissant avec le temps de traitement. Les teneurs en eau à cœur du produit sont un peu plus faibles en IVPI qu'à pression atmosphérique, ce phénomène étant accentué par le temps de traitement. De même, les teneurs en eau mesurées sur les parties les plus externes des produits sont sensiblement plus élevées en IVPI qu'à pression atmosphérique, ce phénomène étant d'autant plus marqué que le temps de traitement est long. On peut observer qu'à l'instar des profils de concentration en sel, il existe un plateau sur toute une partie de l'épaisseur à partir du centre du produit. La longueur de ce plateau diminue avec le temps. Le tableau II.9 permet d'illustrer ces résultats à partir des régressions réalisées sur les données suivant l'équation II.30:

Tableau II.9. Valeurs obtenues par régression pour les paramètres de l'équation II.31 relative au profil de concentration en eau

Paramètre	36 min		1h		2h		4h	
	Patm	IVP	Patm	IVP	Patm	IVP	Patm	IVP
<i>a</i>	-0,01	0	0	-0,01	-0,04	-0,06	-0,03	-0,05
<i>b</i>	71,87	71,08	71,43	71,66	72,12	70,80	69,50	68,98
<i>c</i>	-0,22	-0,12	-0,16	-0,07	-0,26	-0,06	-0,18	-0,11
<i>d</i>	85,54	77,11	79,46	74,02	83,37	70,80	73,44	70,98
<i>S</i>	65,79	51,67	50,64	39,47	50,62	24,91	26,99	32,96
Coeff. Corr.	0,9908	0,9394	0,9816	0,8980	0,9957	0,8733	0,9922	0,9792

Les coefficients *a*, *b*, *c*, *d* et *S* s'interprètent de la même façon que dans le cas des profils de concentration en sel. La teneur en eau au centre (*b*) semble assez peu influencée par le procédé est ne devient sensiblement plus faible qu'à partir de 4 heures de traitement. Le gradient de concentration en eau au cœur du produit (*a*) reste nulle ou très faible. La longueur

du plateau S diminue avec le temps de traitement et il semble qu'elle soit plus courte en IVP qu'à pression atmosphérique, surtout pour les temps de traitement les plus courts. Enfin, le gradient de concentration en eau de la partie la plus externe du produit (c) ne semble pas influencé par le temps de traitement. Néanmoins, il est toujours plus faible en IVP qu'à pression atmosphérique.

Les produits traités par IVP présentent donc des profils de concentration en eau et en sel différents de ceux des produits traités à pression atmosphérique. En effet, les premiers sont plus salés à cœur et plus humides en surface. Ils sont salés nettement plus en profondeur, tout en restant aussi humides (voire plus) que les produits traités en IPA. Il apparaît donc que les produits traités par IVP sont plus homogènes, aussi bien en terme de teneur en eau que de teneur en sel.

II.2.3.3.4. Estimation de la surface spécifique d'échange des produits traités en IVP

La figure II.29 représente l'effet du temps de traitement et de la surface spécifique d'échange entre le produit et la solution sur le gain en sel de cubes de dinde immergés dans une solution saturée en sel à 20 °C et à pression atmosphérique. Le tableau II.10 regroupe les valeurs des paramètres associés à la régression réalisée sur les données selon l'équation II.31. Le coefficient de détermination du modèle vaut 0,985. Le choix du modèle est validé et tous les paramètres calculés sont statistiquement significatifs ($P < 10^{-5}$).

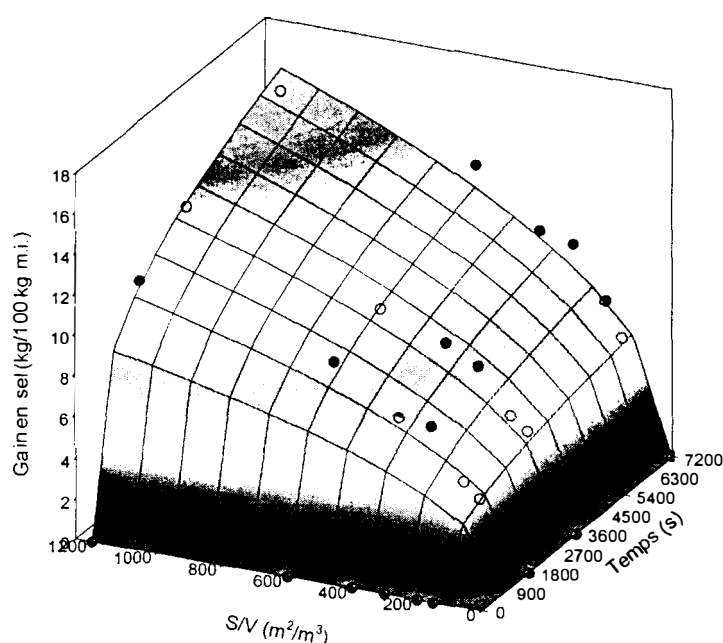


Figure II.29. Effet du temps de traitement et de la surface spécifique d'échange entre un cube de viande de dinde et la solution sur le gain en sel à 20 °C et à pression atmosphérique.

$$GSt = 5,68 \times 10^{-2} \times t^{0,278} \times \left(\frac{S}{V} \right)^{0,445}$$

Le gain en sel est d'autant plus fort que la surface spécifique d'échange entre le produit et la solution et le temps de traitement sont importants. A partir de l'équation ainsi obtenue, la surface d'échange théorique entre un filet de dinde traité par IVP et la solution concentrée peut être estimée. Le tableau II.10 regroupe quelques estimations ainsi réalisées à partir d'essais d'IVP réalisés antérieurement.

Tableau II.10. Estimations des surfaces d'échange mises en jeu en IVP

Mode	Géométrie (cm ³)	S (×10 ⁻³ m ²)	V (×10 ⁻⁶ m ³)	t (s)	GSt (kg/100 kg m.i.)	S/V estimée (m ² /m ³)	S estimée (×10 ⁻³ m ²)	ΔS (%)
IVPl	2 × 2 × 2	2,4	8	1800	6,77	431	3,4	+ 44
IVPr	2 × 2 × 2	2,4	8	900	9,96	1585*	12,7	+ 428
IVPr	2 × 2 × 2	2,4	8	1800	14,16	2267*	18,1	+ 656
IVPl	7 × 5 × 2	11,8	70	2160	4,93	188	13,1	+ 12
IVPl	7 × 5 × 2	11,8	70	4320	10,35	647	45,3	+ 284
IVPl	7 × 5 × 2	11,8	70	8640	10,99	480	33,6	+ 185

* données en extrapolation

Les surfaces d'échange théoriques en IVP obtenues à partir du modèle varient considérablement. Théoriquement, l'augmentation du gain en sel observé en IVP par rapport à l'IPA reviendrait à mettre en jeu une surface d'échange supplémentaire interne (surface des pores en contact avec la solution infiltrée). Cette surface interne devrait représenter jusqu'à plus de six fois la surface d'échange externe entre le produit et la solution, comme le montre le tableau II.10. En réalisant cette estimation, on considère que les différences de gain en sel ne peuvent s'expliquer que par diffusion du sel et de l'eau au niveau de cette surface interne, ce qui revient à considérer que la solution infiltrée dans le produit est expulsée.

II.2.3.4. Etude des variables du procédé

II.2.3.4.1. Effet de la différence de pression

La figure II.30 représente la fraction volumique de solution de NaCl à 1 g/kg infiltrée dans de la viande de dinde lors d'un cycle d'IVP en fonction de la différence relative de pression entre la phase du cycle sous vide et la phase à pression atmosphérique. L'observation de la figure II.30 indique l'existence d'une relation linéaire entre ces deux variables. Le coefficient de détermination associé à la régression linéaire vaut 0,9842 et l'analyse de variance réalisée montre que le choix du modèle est justifié ($P < 10^{-4}$). La pente de la droite de régression vaut 0,0169 et son intervalle de confiance à 95 % est [0,0144-0,0194]. L'ordonnée à l'origine vaut 0,9479 et son intervalle de confiance est [0,7682-1,0921]. Ces deux paramètres sont significatifs ($P < 10^{-4}$). Il apparaît que plus la différence de pression est importante, plus la fraction volumique de solution infiltrée dans la viande est importante.

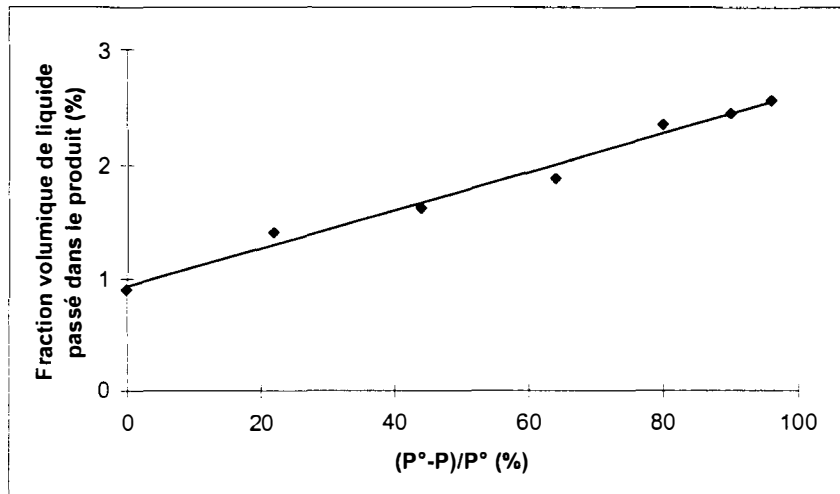


Figure II.30. Fraction volumique de solution de NaCl à 1 g/kg infiltrée dans la viande de dinde lors d'un cycle d'IVP en fonction de la différence relative de pression

II.2.3.4.2. Effet de la température

Les figures II.31 et II.32 représentent respectivement les cinétiques de PE et de GST à 10 et à 25 °C, sous IVP et à pression atmosphérique sur des filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel.

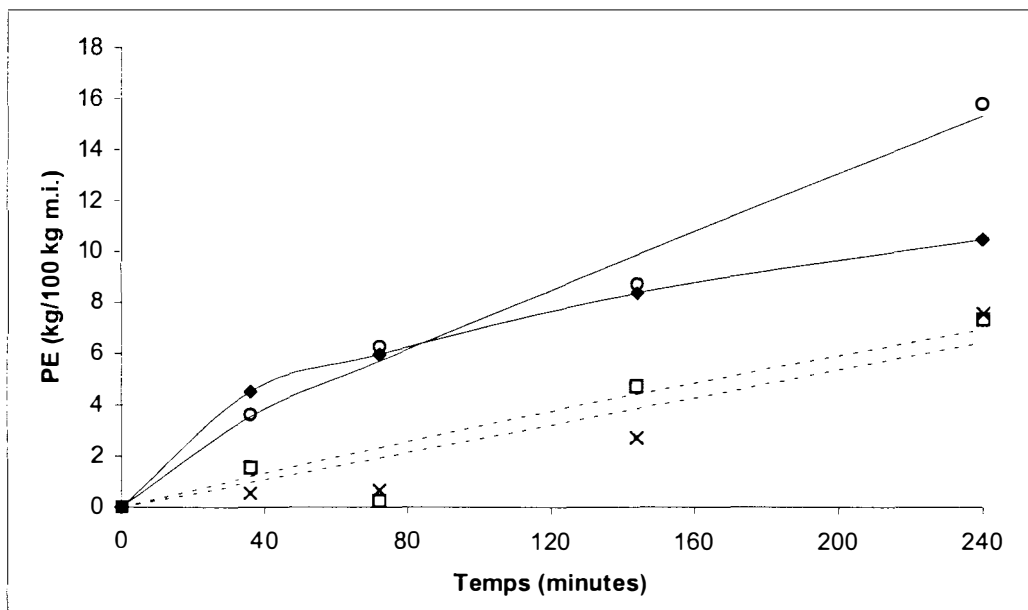


Figure II.31. Cinétiques de perte en eau à 10 et 25 °C, en IVP et à pression atmosphérique de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel
Patm à 10 °C (◆) ; IVP à 10 °C (□) ; Patm à 25 °C (○) ; IVP à 25 °C (×)

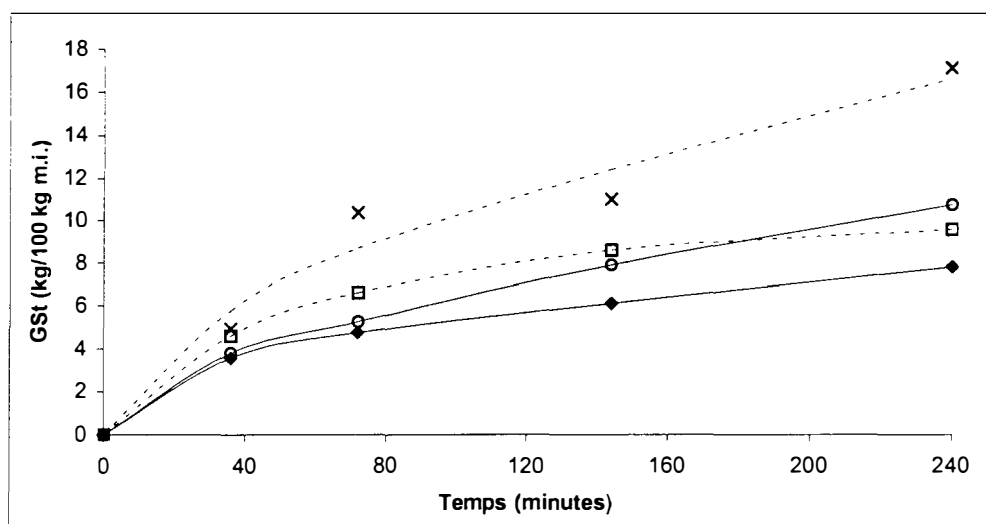


Figure II.32. Cinétiques de gain en sel à 10 et 25 °C, en IVP et à pression atmosphérique de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel
 Patm à 10 °C (◆) ; IVP à 10 °C (□) ; Patm à 25 °C (○) ; IVP à 25 °C (×)

L'analyse de variance à deux facteurs (traitement et température) avec interaction réalisée sur chaque point pour PE montre qu'après 36, 72 et 144 minutes seul le facteur IVP/traitement à pression atmosphérique a un effet significatif sur PE, l'effet de la température étant non significatif. A 240 minutes, la pression et la température ont des effets significatifs sur PE ($P < 10^{-3}$), PE étant plus forte à 25 °C qu'à 10 °C. Ainsi, après 240 minutes de traitement, à pression atmosphérique, PE vaut 10,46 kg/100 kg m.i. à 10 °C contre 15,81 kg/100 kg m.i. à 25 °C. En IVP, PE vaut 7,32 kg/100 kg m.i. à 10 °C contre 7,55 kg/100 kg m.i. à 25 °C.

La même analyse réalisée sur chaque point pour GSt montre qu'après 36 minutes, seul le facteur IVP/traitement à pression atmosphérique a un effet significatif sur GSt, le facteur température n'ayant pas d'effet significatif. A 72, 144 et 240 minutes, la température a un effet significatif sur GSt ($P < 0,05$), GSt étant plus élevé à 25 °C qu'à 10 °C. Ainsi, après 240 minutes de traitement, GSt à pression atmosphérique vaut 7,79 kg/100 kg m.i. à 10 °C contre 10,70 kg/100 kg m.i. à 25 °C. De même, en IVP, GSt vaut 9,55 kg/100 kg m.i. à 10 °C contre 17,07 kg/100 kg m.i. à 25 °C.

L'augmentation de température accroît sensiblement GSt mais l'effet de ce facteur n'est observable sur PE qu'aux longs temps de traitement.

II.2.3.4.3. Effet du couple pression/température

L'interaction entre le mode de traitement (IVP ou IPA) est mise en évidence par l'analyse de variance des données représentées sur les figures II.31 et II.32. Pour PE, l'interaction entre P et T n'est significative ($P < 10^{-3}$) qu'après 240 minutes de traitement. La synergie entre P et T se traduit par une diminution de PE liée à l'IVP plus importante à 25 °C qu'à 10 °C. Pour GSt, l'interaction P-T est également significative à 72 minutes et à 240 minutes ($P < 0,01$), ce qui met en évidence une synergie entre ces deux facteurs. Le GSt est maximum sous IVP et à 25 °C.

II.2.3.4.4. Le nombre de cycles

Les figures II.33, II.34 et II.35 représentent respectivement l'effet du nombre de cycles d'IVP réalisés sur deux heures de traitement sur ΔM , PE et GSt.

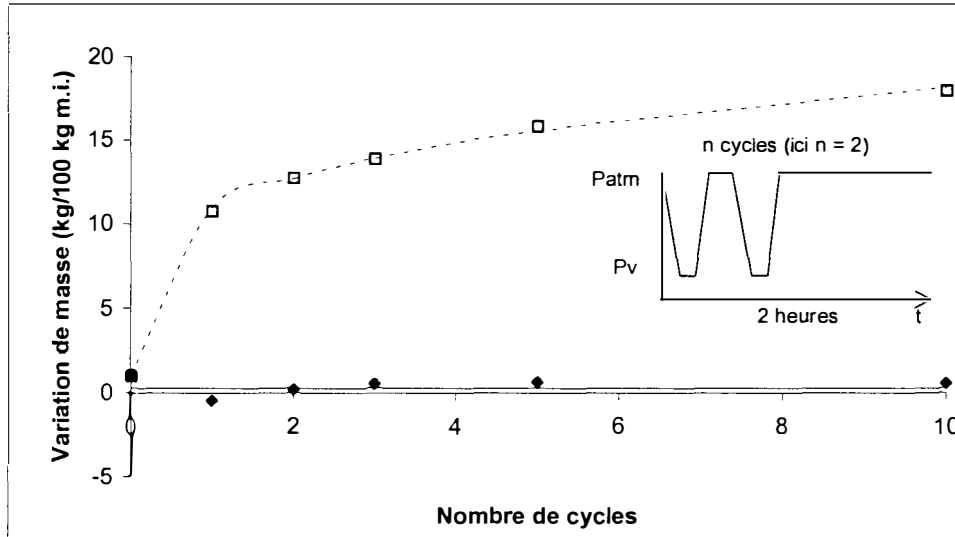


Figure II.33. Effet du nombre de cycles d'IVP sur la variation de masse de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel.
IVP (\square) et Patm (\blacklozenge)

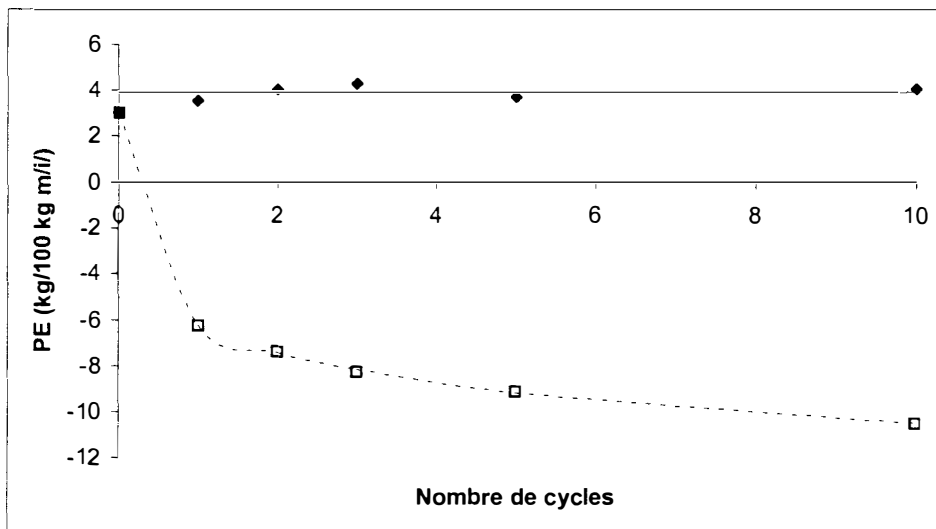


Figure II.34. Effet du nombre de cycles d'IVP sur la perte en eau de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel.
IVP (\square) et Patm (\blacklozenge)

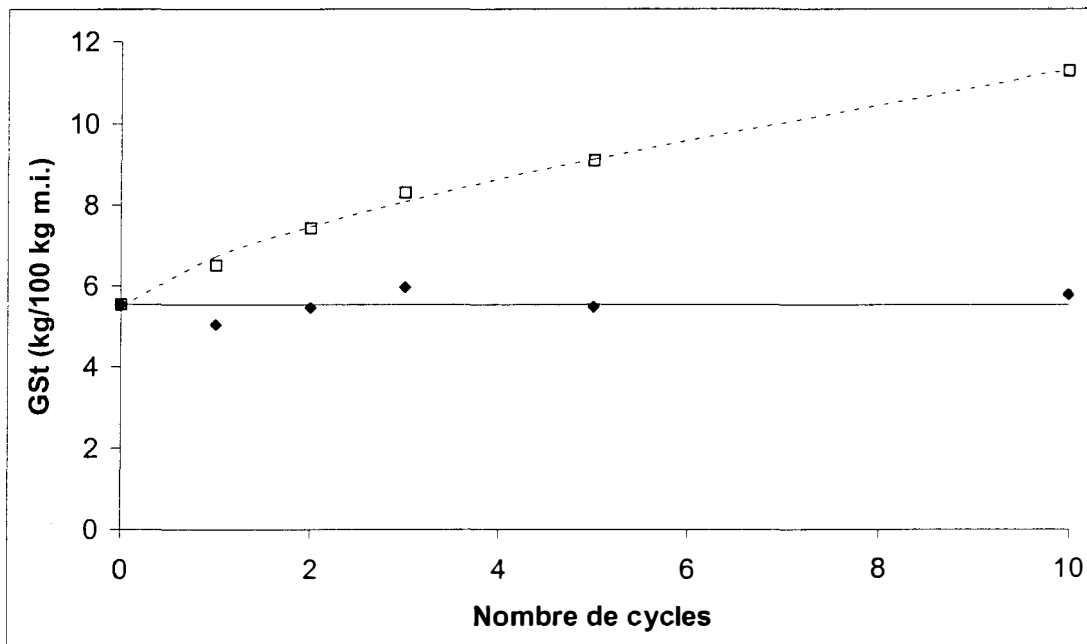


Figure II.35. Effet du nombre de cycles d'IVP sur le gain en sel de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel.
IVP (□) et Patm (◆)

Les ΔM , PE et GSt obtenus à pression atmosphérique et sous IVP sont significativement différents, quel que soit le nombre de cycles ($P < 0,05$). A pression atmosphérique, GSt et ΔM sont plus faibles et PE est plus forte qu'en IVP. Notons que PE est positive à pression atmosphérique, alors qu'elle est négative en IVP, quel que soit le nombre de cycles (gain en eau). Ainsi, à pression atmosphérique, ΔM , PE et GSt valent en moyenne respectivement 0,28, 3,92 et 5,54 kg/100 kg m.i. alors qu'après 10 cycles d'IVP ces mêmes valeurs deviennent respectivement 17,94, -10,47 et 11,31 kg/100 kg m.i..

Tableau II.11. Tests de comparaisons multiples au seuil 0,05 des ΔM , PE et GSt obtenus pour les différents nombres de cycles d'IVP

Nombre de cycles	ΔM			PE			GSt		
	Moyenne	PPDS*	Groupes	Moyenne	PPDS*	Groupes	Moyenne	PPDS*	Groupes
1	10,76	1,19	*	-6,24	1,26	*	6,52	0,82	*
2	12,76		*	-7,37		**	7,44		*
3	13,87		*	-8,21		**	8,32		*
5	15,82		*	-9,08		*	9,12		*
8	17,94		*	-10,47		*	11,27		*

* Plus Petite Différence Significative

D'autre part, l'analyse de variance montre que le facteur « nombre de cycles d'IVP » a un effet statistiquement significatif sur ΔM , PE et GSt ($P < 10^{-3}$). Globalement, plus le nombre de cycles augmente, plus GSt et ΔM augmentent et plus PE diminue. Le tableau II.11 présente les résultats des tests de comparaisons multiples réalisés sur ΔM , PE et GSt obtenus pour différents niveaux du facteur « nombre de cycles » en IVP. Pour GSt, les valeurs obtenues à tous les niveaux sont statistiquement différentes entre elles, à l'exception des niveaux 3 et 5. Pour ΔM , les valeurs obtenues à tous les niveaux sont statistiquement différentes entre elles, à l'exception des niveaux 2 et 3. Pour PE, les niveaux 5 et 8 sont

statistiquement différents des niveaux 1 et 2, le niveau 8 étant significativement différent de tous les autres et le niveau 1 étant statistiquement différent des niveaux 3, 5 et 8.

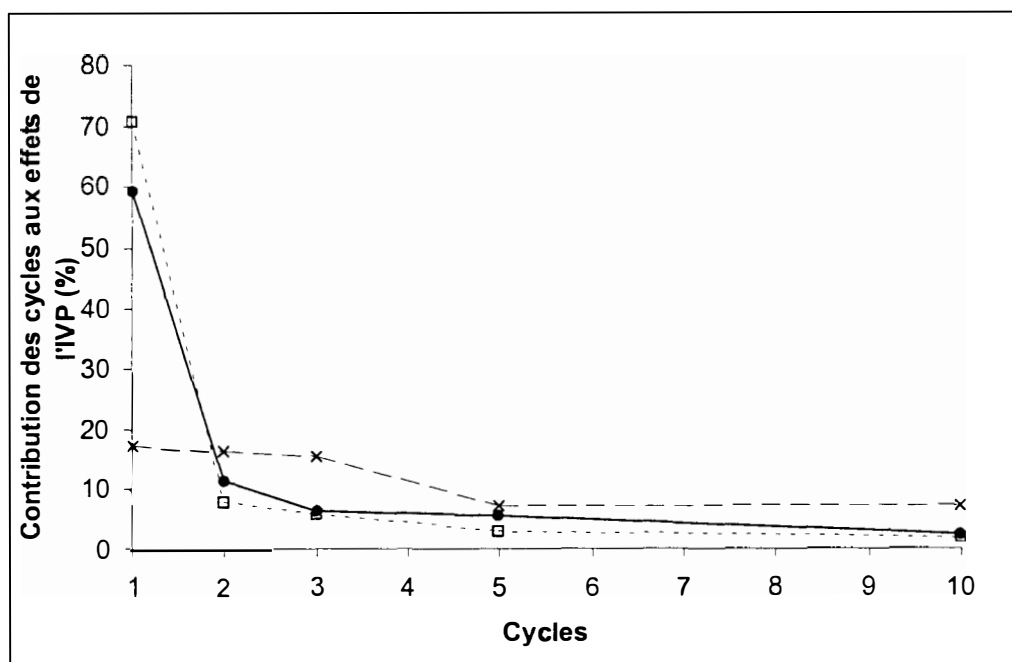


Figure II.36. Contributions des cycles successifs d'IVP aux effets de l'IVP sur ΔM (●), PE (□) et GSt (×) après 2 heures de traitement

Après 2 heures de traitement en IVP, les phénomènes diffusifs et l'IVP représentent respectivement 1 % et 99 % de ΔM , - 37 % et 137 % de PE et 49 % et 51 % de GSt. La figure II.36 présente les contributions de chaque cycle aux effets de l'IVP sur ΔM , PE et GSt. Les phénomènes diffusifs retranchés, le premier cycle d'IVP est responsable de 59 % de ΔM , de 71 % de PE et de 17 % de GSt sur un total de 10 cycles. Comme le montre la figure II.36, l'effet de l'IVP sur ΔM et PE est donc très rapide et décroît de cycle en cycle, alors que l'effet de l'IVP sur GSt est plus lent et progressif, chaque cycle apportant entre 7 et 17 % de GSt.

II.2.3.4.5. Effets du rapport cyclique

Les figures II.37 et II.38 représentent l'influence du rapport cyclique t_1/t_3 (RC) sur les cinétiques de PE et de GSt.

Globalement, l'observation des figures II.37 et II.38 semble indiquer plusieurs tendances. Tout d'abord, on retrouve l'influence de l'IVP sur les transferts de matière par rapport à une IPA, l'IVP augmentant GSt et diminuant PE. D'autre part, il semble que PE diminue et que GSt augmente lorsque RC augmente.

Le tableau II.12 synthétise les résultats des analyses de variance et des tests de comparaisons multiples réalisés à chaque temps de traitement sur les données cinétiques obtenues pour les différents modes d'immersion.

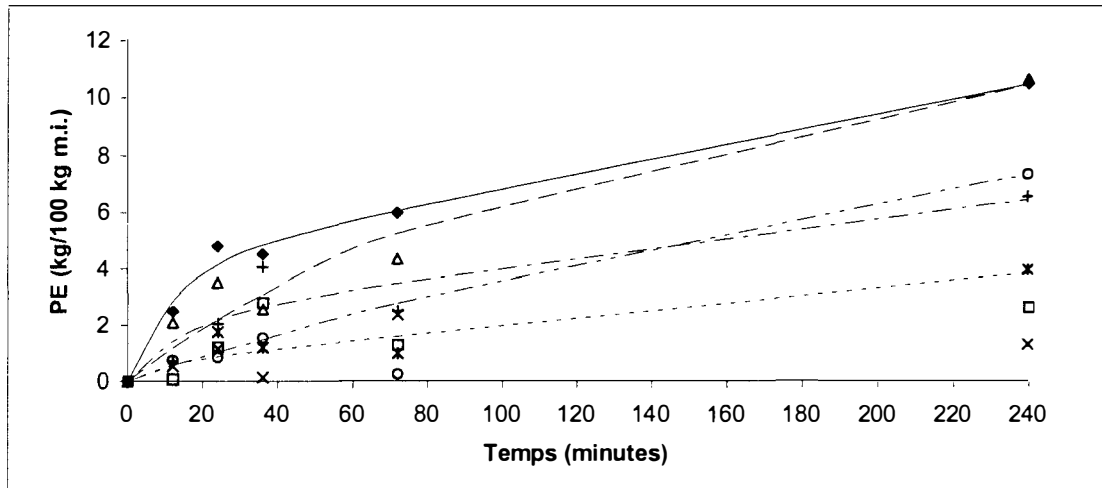


Figure II.37. Effet du rapport cyclique en IVP sur les cinétiques de perte en eau

Durée d'un cycle : 12 minutes

Patm (◆) ; IVP RC=1/9 (Δ); IVP RC=3/7 (*); IVP RC=4/6 (+) ;
IVP RC=5/5 (o) ; IVP RC=7/3 (□) ; IVP RC=9/1 (×)

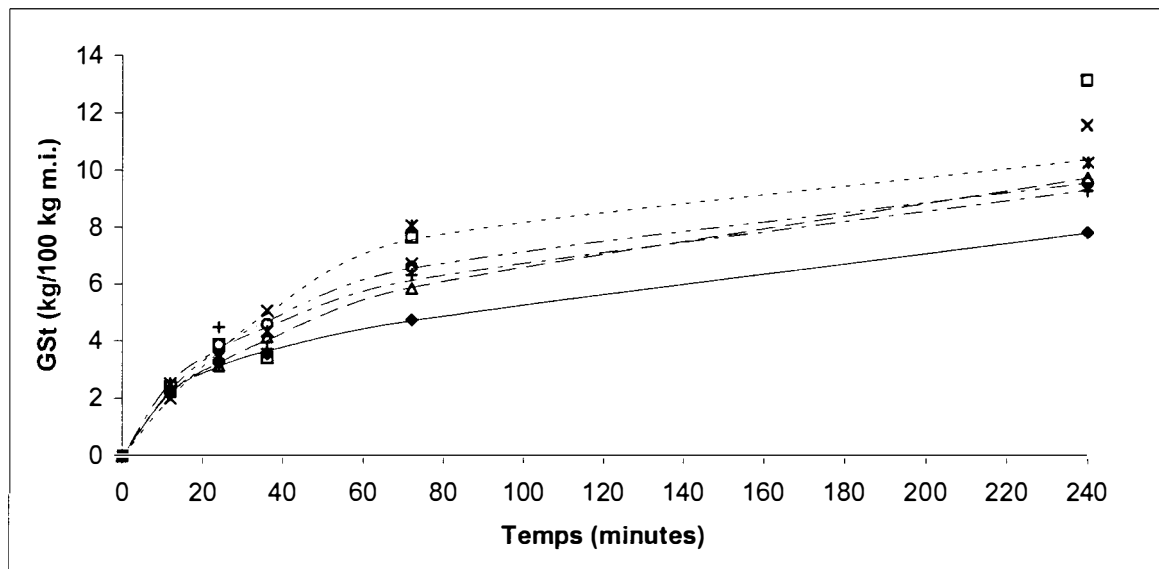


Figure II.38. Effet du rapport cyclique en IVP sur les cinétiques de gain en sel

Durée d'un cycle : 12 minutes

Patm (◆) ; IVP RC=1/9 (Δ); IVP RC=3/7 (*); IVP RC=4/6 (+) ;
IVP RC=5/5 (o) ; IVP RC=7/3 (□) ; IVP RC=9/1 (×)

Après 12 minutes, les différents types de traitement n'induisent aucune différence significative ni sur PE, ni sur GSt. Après 24 minutes, les résultats sur GSt ne sont pas significativement différents mais les PE le sont ($P < 0,05$). PE obtenue à pression atmosphérique est significativement supérieure à celles obtenues par IVP, quel que soit RC à l'exception de RC=1/9, ce dernier mode de traitement aboutissant à une PE non significativement différente de celle obtenue à pression atmosphérique. Après 36 minutes, il n'y a toujours pas de différences significatives sur GSt mais le mode de traitement a toujours un effet significatif ($P < 0,05$) sur PE. Les PE obtenues à pression atmosphérique et pour des RC de 4/6, 7/3, et 1/9 ne sont pas significativement différentes. Par contre, les PE obtenues

pour des RC de 9/1, 3/7 et 5/5 sont significativement inférieures à celles obtenues à pression atmosphérique. A 72 minutes, le mode de traitement a un effet significatif sur GST et sur PE ($P<0,01$). Tous les traitements par IVP sont significativement différents du traitement à pression atmosphérique, à la fois pour les données de PE et celles de GST, à l'exception du cas où $RC=1/9$ qui ne se différencie pas d'une IPA. Néanmoins, aucune différence significative n'apparaît en terme de PE sur l'ensemble les traitements par IVP pour RC différent de 1/9. Les différences observées pour GST n'indiquent pas encore de tendance évidente. A 240 minutes, le mode de traitement a toujours un effet significatif sur PE et sur GST ($P<10^{-4}$). Pour PE, seul l'IVP avec $RC=1/9$ n'est pas statistiquement différente de PE en IPA. Tous les autres traitements par IVP aboutissent à des PE significativement inférieures. Les plus faibles PE sont obtenues pour des valeurs de RC égales à 9/1, 7/3 et 3/7. Pour GST, les traitements par IVP avec des valeurs de RC de 4/6, 5/5, 1/9 et 3/7 aboutissent à des GST significativement supérieurs à ceux obtenus par IPA, mais non significativement différents entre eux. Les GST observés pour un RC de 9/1 sont significativement supérieurs à ceux du groupe précédent et significativement inférieurs aux GST maximums obtenus pour un RC de 7/3.

Il semble donc que l'effet de l'IVP, qui se traduit par une diminution de PE et une augmentation de GST, soit favorisé pour des fortes valeurs de RC. Ces dernières correspondent à une longue période d'immersion sous vide suivie d'une courte période d'immersion à pression atmosphérique.

Tableau II.12. Différences significatives entre les moyennes de PE et GST obtenues pour différents traitements (pression atmosphérique ou IVP avec RC variable) à différents temps de traitement.

Temps (minutes)	PE			GST		
	Traitement	Moyenne	Groupes homogènes	Traitement	Moyenne	Groupes homogènes
12	-	-	NS	-	-	NS
24	55	0.85	*		-	NS
	91	1.16	**			
	73	1.22	**			
	37	1.76	**			
	46	2.06	**			
	19	3.53	**			
	Patm	4.81	*			
36	91	0.14	*		-	NS
	37	1.20	**			
	55	1.55	**			
	19	2.59	***			
	73	2.81	**			
	46	4.08	*			
	Patm	4.53	*			
72	55	0.25	*	Patm	4.75	*
	37	0.99	*	19	5.85	**
	73	1.29	*	46	6.33	*
	91	2.37	**	55	6.61	**
	46	2.50	**	91	6.73	**
	19	4.34	**	73	7.66	**
	Patm	5.97	*	37	8.07	*
240	91	1.29	*	Patm	7.81	*
	73	2.60	**	46	9.27	*
	37	3.93	*	55	9.55	*
	46	6.53	*	19	9.72	*
	55	7.31	*	37	10.26	*
	Patm	10.46	*	91	11.54	*
	19	10.63	*	73	13.13	*

NS : non significatif

II.2.3.4.6. Effet d'un traitement par IVP sans phases stationnaires

Des filets de dinde ont été soumis à un traitement par IVP sans phases stationnaires (IVPsp). Un tel traitement correspond à des cycles tels que $t_0=100$ s, $t_1=0$, $t_2=30$ s et $t_3=0$. L'effet de ce traitement sur les transferts de matière a été comparé à ceux de l'IPA et de l'IVPl. L'analyse de variance progressive réalisée sur ces données pour des temps de traitement d'une et deux heures montre que le mode de traitement a un effet statistiquement significatif sur PE et sur GSt, quel que soit le temps de traitement ($P<0,05$). Le tableau II.13 regroupe les résultats des tests de comparaisons multiples réalisés. Après une heure et deux heures de traitement, PE et GSt obtenus en IVPsp sont intermédiaires entre PE et GSt obtenus en IPA et en IVP. Les valeurs de ces transferts ne sont significativement différentes ni de celles obtenues en IPA, ni de celles obtenues en IVPl. Notons néanmoins que pour ces temps de traitement les transferts obtenus en IVPl et en IPA sont toujours statistiquement différents entre eux.

Il apparaît donc que la suppression des phases stationnaires sous vide et à pression atmosphérique diminue l'effet de l'IVP.

Tableau II.13. Comparaisons des effets du mode de traitement (IPA, IVPl et IVPsp) sur les transferts de matière obtenus sur des filets de dinde

Temps (h)	Effet sur PE				Effet sur GSt			
	P	Mode	Valeur	Test	P	Mode	Valeur	Test
1	0,0391	IVPl	2,45	*	0,0333	IPA	4,46	*
		IVPsp	4,72	**		IVPsp	5,52	**
		IPA	5,51	*		IVPl	6,06	*
		IVPl	4,11	*		IPA	5,67	*
2	0,0248	IVPsp	6,15	**	0,0053	IVPsp	6,29	*
		IPA	7,66	*		IVPl	8,10	*

II.2.3.5. Mise en évidence des voies de pénétration de la solution dans la viande

II.2.3.5.1. Tentative d'évaluation de la fraction volumique de gaz emprisonnés dans la viande

En reprenant la figure II.30 et les résultats de la régression linéaire entre la fraction volumique de solution de NaCl à 1 g/kg infiltrée dans de la viande de dinde lors d'un cycle d'IVP et la différence relative de pression entre la phase du cycle sous vide et la phase à pression atmosphérique, il apparaît que l'ordonnée à l'origine peut s'interpréter comme la fraction volumique de liquide absorbé par la viande lors d'une immersion pression atmosphérique. La valeur de la pente correspond à une porosité apparente qui, dans le cas de la viande de dinde, vaut donc 1,69 %.

II.2.3.5.2. Effet de la présence d'epimysium sur le comportement de la viande en IVP

Les figures II.39 et II.40 représentent respectivement les cinétiques de PE et de GSt de filets de dinde avec et sans epimysium immergés dans une solution saturée en sel, sous

vide ou à pression atmosphérique. Les filets avec epimysium présentent une couche de tissu conjonctif sur une de leurs deux faces de plus grande surface.

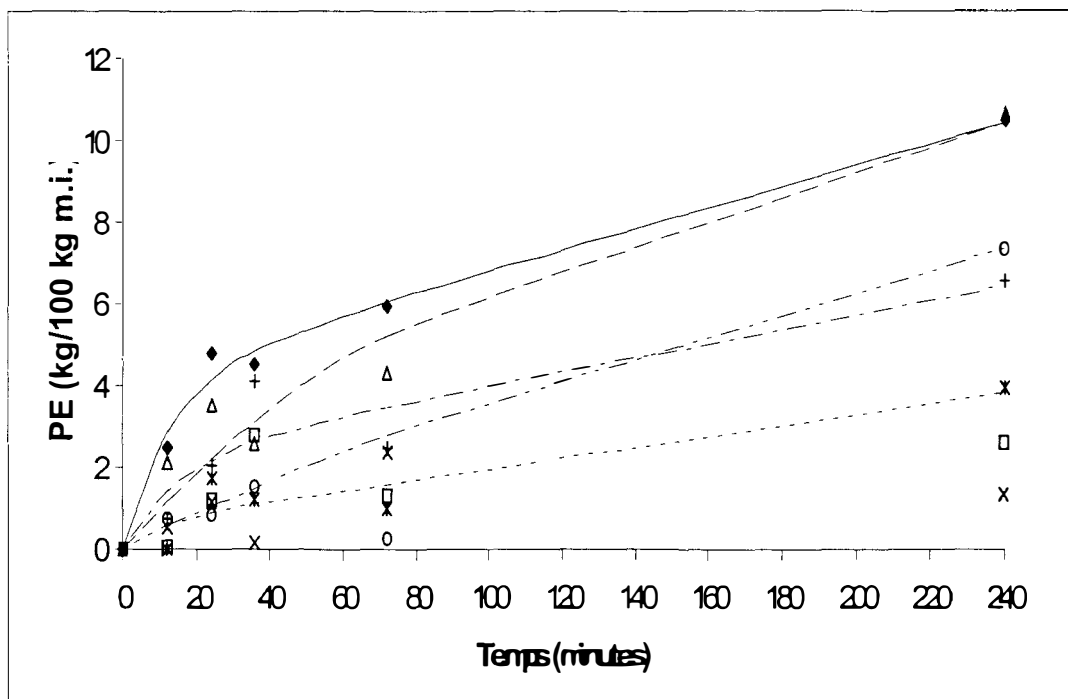


Figure II.39. Effets de la présence epimysium et du vide sur la perte en eau de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel
Patm avec epimysium (◆) ; Patm sans epimysium (□) ; IVP avec epimysium (○) ; IVP sans epimysium (×)

A pression atmosphérique, le facteur «présence/absence d'epimysium» n'a d'effet significatif sur PE qu'à 24 minutes et à 36 minutes ($P < 0,05$). Sous IVP, le facteur «présence/absence d'epimysium» n'a pas d'influence significative sur PE à 12 minutes à mais a un effet significatif sur PE à 24 minutes, 36 minutes, 72 minutes et 240 minutes ($P < 0,05$).

Sous vide, à tout instant, les plus faibles valeurs de PE sont obtenues sur des filets sans epimysium. Ainsi, après 240 minutes de traitement par IVP, PE vaut 5,58 kg/100 kg m.i. pour des filets avec epimysium contre seulement - 0,32 kg/100 kg m.i. (valeur négative correspondant à un gain en eau) pour des filets sans epimysium. A pression atmosphérique, l'epimysium n'a pas d'effet sur PE pour trois points sur cinq. Aucune tendance ne se dégage en fonction du temps, les différences de PE n'étant significatives ni au plus court, ni au plus long temps de traitement.

A pression atmosphérique, quel que soit le temps de traitement, le facteur «présence/absence d'epimysium» n'a pas d'influence significative sur GSt. Sous IVP, le facteur «présence/absence d'epimysium» n'a pas d'influence significative sur GSt à 12 minutes, 24 minutes et 36 minutes mais a un effet significatif sur GSt à 72 minutes et à 240 minutes ($P < 0,01$).

Sous IVP, à chaque temps de traitement, GSt est plus faible pour des filets avec epimysium, la différence devenant statistiquement à partir de 72 minutes. Ainsi, dans le cas de

filets de dinde immergés pendant 240 minutes sous IVP, GSt vaut 9,57 kg/100 kg m.i. pour des filets avec epimysium, contre 14,44 kg/100 kg m.i. pour des filets sans epimysium.

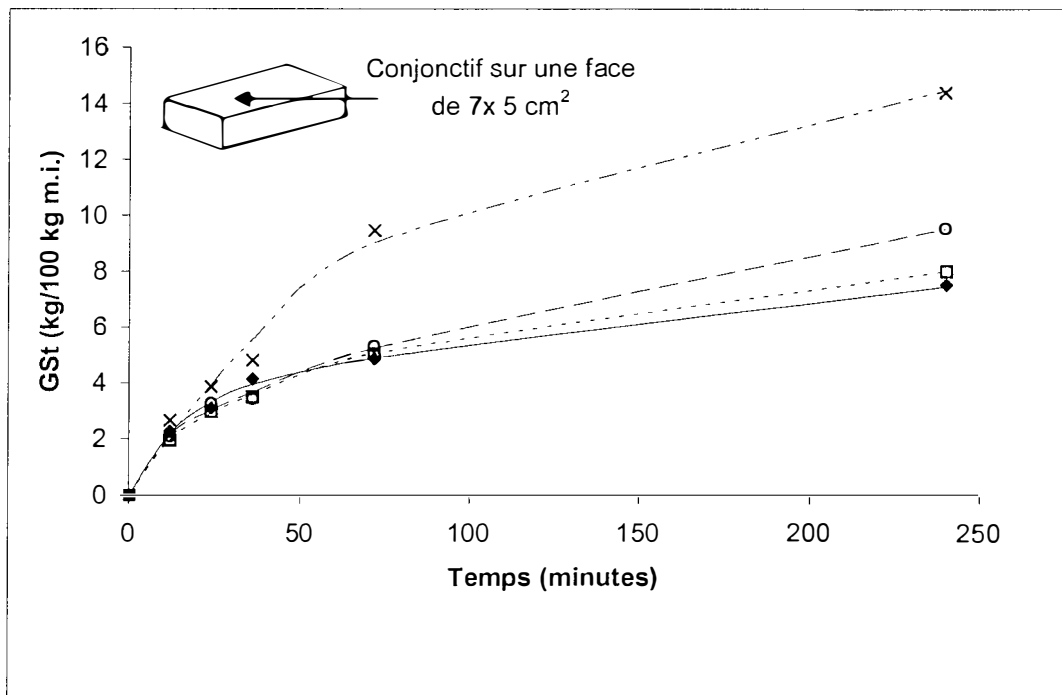


Figure II.40. Effets de la présence d'epimysium et du vide sur le gain en sel de filets de dinde immergés dans une solution saturée en sel

Patm avec epimysium (◆) ; Patm sans epimysium (□) ; IVP avec epimysium (○) ;
IVP sans epimysium (×)

II.2.3.5.3. Essais d'IVP en solution colorée

La figure II.41 représente la densité de coloration à différents temps de traitement de cubes de viande de dinde immergés dans une solution colorée à pression atmosphérique, en IVP lente, rapide et sous ébullition.

Après 3 minutes, l'analyse de variance montre que le facteur traitement a un effet significatif ($P < 10^{-4}$) sur DC. La DC des cubes traités à pression atmosphérique (10,25 %) est significativement plus faible que celle des cubes traités par IVP. Les DC des cubes de dinde traités en IVPl (13,20 %) et en IVPr (17,20 %) ne sont pas significativement différents entre elles mais sont significativement plus faibles que celle des cubes traités en IVPe (33,05 %). Après 6 minutes, le traitement a toujours un effet significatif sur la DC ($P < 10^{-3}$) mais seule la DC des cubes obtenus en IVPe (32,00 %) est significativement différente des DC observées à pression atmosphérique (17,92 %), en IVPl (22,45 %) et en IVPr (22,93 %). Après 15 minutes, le facteur traitement a toujours un effet significatif ($P < 10^{-4}$) sur la DC et les DC obtenues pour chaque traitement sont significativement différentes entre elles. Les DC les plus faibles sont obtenues à pression atmosphérique (26,80 %), puis en IVPl (34,10 %), en IVPr (43,90 %) et les plus fortes correspondent à un traitement en IVPe (62,10 %). Après 30 minutes, le facteur traitement reste significatif ($P < 10^{-4}$). Les DC des cubes traités à pression atmosphérique (32,97 %) et en IVPl (38,84 %) ne sont pas significativement différentes entre elles mais sont significativement inférieures à la DC des cubes traités en IVPr (66,22 %) qui est elle-même significativement inférieure à la DC des cubes traités par IVPe (81,86 %).

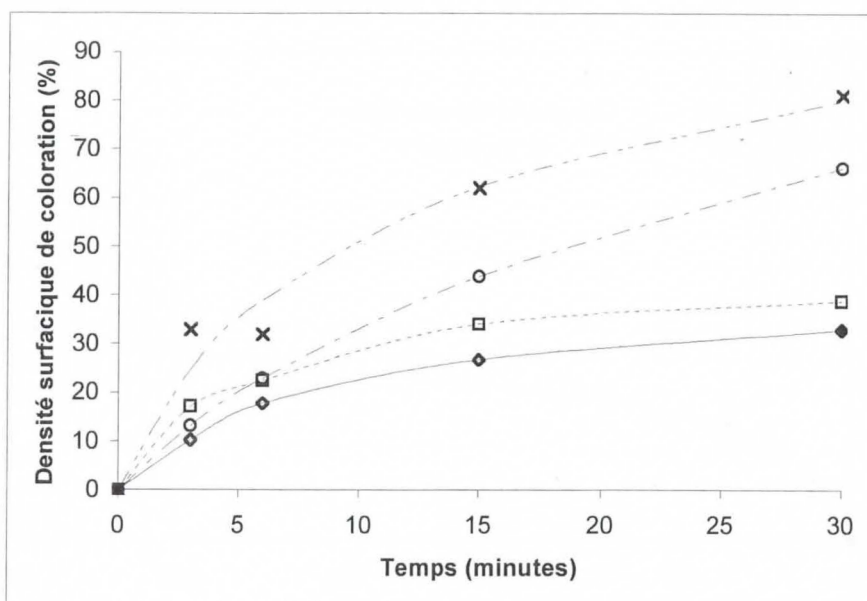


Figure II.41. Evolution cinétique de la densité de coloration de cubes de dinde ($2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$) immergés en solution colorée à pression atmosphérique et en IVP lente, rapide et sous ébullition à 20°C

Patm (◆) : IVPl¹ (□) : IVPr² (○) : IVPe³ (×)

Tableau II.14. Illustrations photographiques de la pénétration de liquide dans des cubes de viande de dinde immergés dans une solution colorée à pression atmosphérique, en IVPl, en IVPr et en IVPe à différents temps de traitement.

Traitement	Temps de traitement (min)			
	3	6	15	30
Patm				
IVPl				
IVPr				
IVPe				

¹ P = 20 kPa ; $t_0 = 100 \text{ s}$; $t_1 = 30 \text{ s}$; $t_2 = 20 \text{ s}$; $t_3 = 30 \text{ s}$; Durée d'un cycle : 3 minutes

² P = 20 kPa ; $t_0 = 1 \text{ s}$; $t_1 = 89 \text{ s}$; $t_2 = 1 \text{ s}$; $t_3 = 89 \text{ s}$; Durée d'un cycle : 3 minutes

³ P < 5 kPa ; $t_0 = 1 \text{ s}$; $t_1 = 89 \text{ s}$; $t_2 = 1 \text{ s}$; $t_3 = 89 \text{ s}$; Durée d'un cycle : 3 minutes

Il apparaît donc que l'utilisation du vide pulsé induit une pénétration de solution statistiquement supérieure à ce qui est observé à pression atmosphérique. Si cette augmentation de DC est faible et peu significative quand on passe d'un traitement à pression atmosphérique à une IVPl (+ 35 %)⁷⁹, elle est beaucoup plus marquée dans le cas du procédé d'IVPr (+ 55 %) et surtout en IVPe (+145 %).

Après 30 minutes de traitement sur des cubes de 20 mm, la profondeur moyenne de pénétration de la solution vaut 1,83 mm à pression atmosphérique, 2,20 mm en IVPl, 4,22 mm en IVPr et 5,75 mm en IVPe. Cette pénétration de solution est illustrée par le tableau II.14. Néanmoins, la pénétration de solution n'est pas homogène et suit visiblement des chemins préférentiels. L'observation visuelle des coupes semble indiquer que la solution pénètre le long des fibres musculaires dans le cas des procédés d'IVP.

II.2.3.5.4. Relations entre DC et transferts de matière

Les figures II.42 et II.43 représentent le GSt et la PE mesurés en fonction des DC obtenues sur des cubes de dinde immergés dans une solution saturée en sel à pression atmosphérique et en IVP lente, rapide et sous ébullition (conditions détaillées en notes au II.2.3.5.3). Les points expérimentaux correspondent à 10 répétitions réalisées après 3, 6, 15 et 30 minutes de traitement. La valeur moyenne de DC après 30 minutes vaut 33 % à pression atmosphérique, 39 % en IVPl, 66 % en IVPr et 82 % en IVPe. La valeur moyenne de GSt après 30 minutes vaut 6,17 à pression atmosphérique, 6,77 en IVPl, 14,16 en IVPr et 8,97 en IVPe. La valeur moyenne de PE après 30 minutes vaut 9,65 à pression atmosphérique, 7,35 en IVPl, 8,96 en IVPr et 6,51 en IVPe. Pour une DC de 35 %, les GSt modélisés valent 6,17 à pression atmosphérique, 5,47 en IVPl, 7,08 en IVPr et 4,22 en IVPe et les PE valent 9,14 à pression atmosphérique, 6,75 en IVPl, 6,22 en IVPr et 4,76 en IVPe.

Les coefficients de corrélation entre DC et GSt valent 0,99 à pression atmosphérique, 0,99 en IVPl, 0,98 en IVPr et 0,96 en IVPe, montrant ainsi qu'il existe une liaison entre ces deux variables et qu'elles varient dans le même sens. Les régressions linéaires ($GSt = a.DC$) réalisées sur ces données conduisent aux résultats suivants. Les coefficients de détermination associés à la régression valent 0,98, 0,98, 0,95 et 0,92 respectivement à pression atmosphérique, en IVPl, IVPr et IVPe. L'analyse de variance associée à la régression valide le choix du modèle quel que soit le mode d'immersion ($P < 0,01$). Le tableau II.15 regroupe les estimations et intervalles de confiance des valeurs des pentes de régression obtenues pour chaque traitement. La valeur de la pente obtenue en IVPe est inférieure aux pentes associées aux autres traitements.

Il semble donc que plus la DC est importante, plus le GSt est fort. Néanmoins, pour une même augmentation de DC, l'augmentation de GSt est plus faible en IVPe par rapport aux autres traitements.

⁷⁹ Augmentation de DC relative à la DC obtenue à pression atmosphérique dans les mêmes conditions.

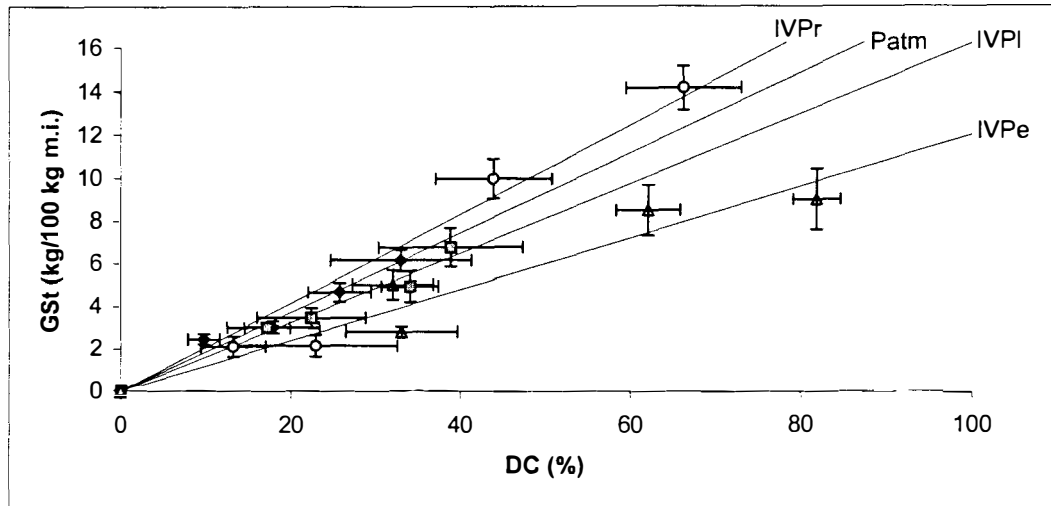


Figure II.42. Gains en sel obtenus sur des cubes de dinde immergés en solution saturée à pression atmosphérique et en IVP lente, rapide et sous ébullition en fonction de la DC mesurée

(□) Patm ; (■) IVPl ; (○) IVPr ; (△) IVPe

Tableau II.15. Estimation et comparaison des paramètres obtenus par régression linéaires de PE et GSt en fonction de DC pour différents traitements d'immersion

Variable	Traitement	Estimation de la pente	Intervalle de confiance à 95%	Groupes homogènes
GSt	IVPe	0,1196**	[0,0933-0,1459]	*
	IVPl	0,1620**	[0,1436-0,1804]	**
	Patm	0,1857***	[0,1640-0,2074]	*
	IVPr	0,2072*	[0,1603-0,2540]	*
PE	IVPe	0,0969*	[0,0623-0,1316]	*
	IVPr	0,1565*	[0,0921-0,2208]	**
	IVPl	0,2038***	[0,1752-0,2324]	**
	Patm	0,3043**	[0,2430-0,3656]	*

*** $P < 10^{-4}$; ** $P < 10^{-3}$ et * $P < 10^{-2}$

Note : Pas de différences significatives entre les valeurs des constantes

Les coefficients de corrélation entre DC et PE valent 0,97 à pression atmosphérique, 0,98 en IVPl, 0,91 en IVPr et 0,90 en IVPe, montrant ainsi qu'il existe une liaison entre ces deux variables et qu'elles varient dans le même sens. Les régressions linéaires ($PE = a.DC$) réalisées sur ces données conduisent aux résultats suivants. Les coefficients de détermination R^2 associés à la régression valent 0,92, 0,96, 0,67 et 0,71 respectivement à pression atmosphérique, en IVPl, IVPr et IVPe. L'analyse de variance associée à la régression valide le choix du modèle quel que soit le mode d'immersion ($P < 0,01$). Le tableau II.15 regroupe les estimations et intervalles de confiance des valeurs des pentes de régression et des constantes obtenues pour chaque traitement. Les valeurs des pentes obtenues en IVPe et en IVPr sont inférieures à celles à pression atmosphérique et en IVPl.

Il semble donc que plus DC est importante, plus PE augmente. Cette tendance est d'autant plus marquée à pression atmosphérique et en IVPl, et un peu plus faible en IVPr et en IVPe.

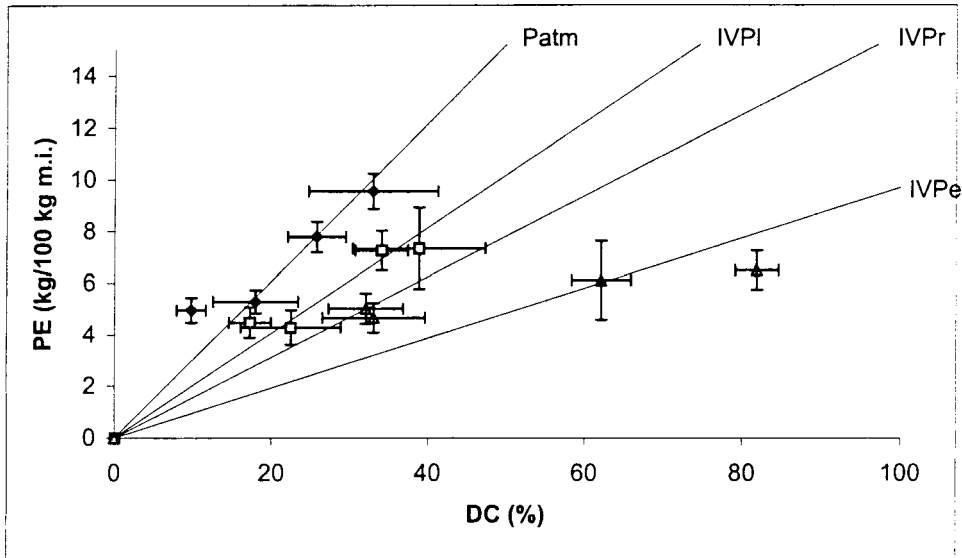


Figure II.43. Pertes en eau obtenues sur des cubes de dinde immergés en solution saturée à pression atmosphérique et en IVP lente, rapide et sous ébullition en fonction de la DC mesurée
(□) Patm ; (■) IVPI ; (○) IVPr ; (△) IVPe

II.2.3.5.5. Essais d'IVP sur une structure non poreuse

Les figures II.44 et II.45 représentent respectivement les cinétiques de PE et de GSt de cubes ($2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$) de gels intacts, dégazés et immergés dans une solution saturée en sel à 20°C à pression atmosphérique, en IVPI⁸⁰ et en IVPr⁸¹. Les cinétiques à pression atmosphérique et en IVPI comportent 5 points (0, 15, 30, 60 et 120 minutes) mais les cinétiques en IVPr n'en comportent que 3 (0, 30 et 120 minutes).

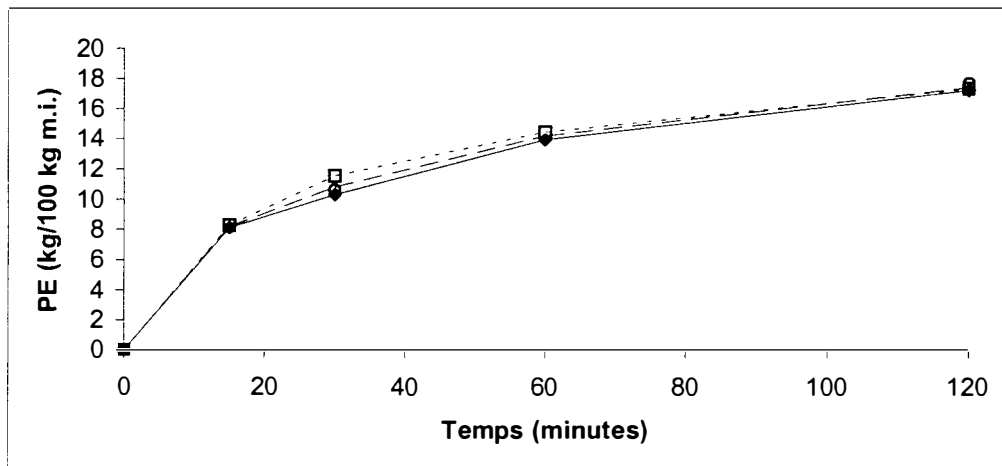


Figure II.44. Cinétiques de perte en eau de cubes de gels intacts, dégazés et immergés à pression atmosphérique, en IVP lente et en IVP rapide dans une solution saturée en sel à 20°C
Patm (◆) ; IVPI (□) ; IVPr (○)

⁸⁰ $P = 20 \text{ kPa}$; $t_0 = 100 \text{ s}$; $t_1 = 30 \text{ s}$; $t_2 = 20 \text{ s}$; $t_3 = 30 \text{ s}$; Durée d'un cycle : 3 minutes

⁸¹ $P = 20 \text{ kPa}$; $t_0 = 1 \text{ s}$; $t_1 = 89 \text{ s}$; $t_2 = 1 \text{ s}$; $t_3 = 89 \text{ s}$; Durée d'un cycle : 3 minutes

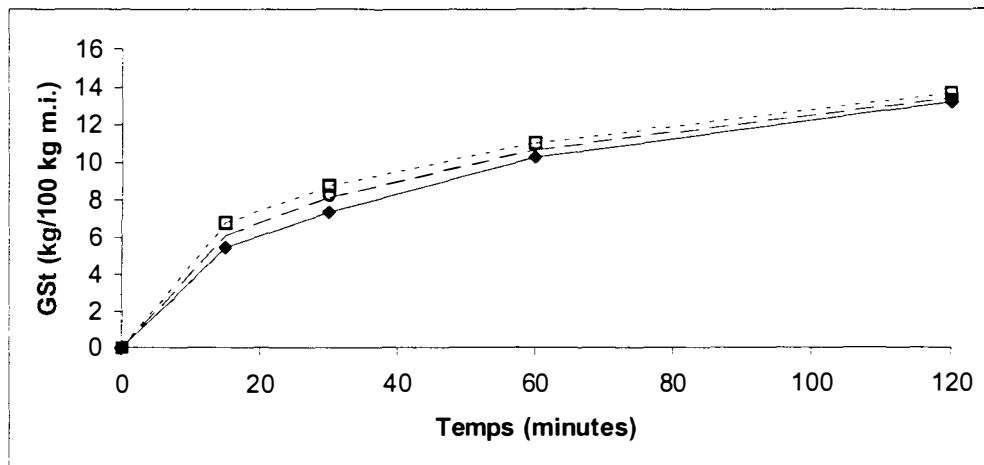


Figure II.45. Cinétiques de gain en sel de cubes de gels intacts, dégazés et immergés à pression atmosphérique, en IVP lente et en IVP rapide dans une solution saturée en sel à 20°C
Patm (◆) ; IVPl (□) ; IVPr (○)

L'observation des cinétiques de PE et de GSt ne laisse pas apparaître de tendance nette et semble indiquer que les cinétiques de PE et de GSt de cubes de gels intacts et dégazés ne sont pas différentes, que le procédé soit conduit à pression atmosphérique ou sous différents régimes d'IVP.

A 15 minutes, les PE ne sont pas significativement différentes entre pression atmosphérique et IVPl. Après 30 minutes de traitement, les PE obtenues à pression atmosphérique, en IVPl et en IVPr sont significativement différentes ($P < 0,01$), PE étant maximale en IVPl (11,54 kg/100 kg m.i.) et minimale à pression atmosphérique (10,29 kg/100 kg m.i.) et en IVPr (10,60 kg/100 kg m.i.). A 60 minutes de traitement, les PE sont statistiquement différentes ($P < 0,05$), PE étant maximale en IVPl (14,44 kg/100 kg m.i.) et minimum à pression atmosphérique (13,96 kg/100 kg m.i.). Cependant, après 120 minutes de traitement, les différences ne sont plus significatives, que le procédé soit conduit à pression atmosphérique, en IVPl ou en IVPr.

A 15 minutes de traitement, les GSt sont statistiquement différents ($P < 0,01$), GSt étant maximum en IVPl (6,75 kg/100 kg m.i.) et minimum à pression atmosphérique (5,42 kg/100 kg m.i.). Après 30 minutes de traitement, les GSt observés sont significativement différents ($P < 0,01$) selon le type de traitement, GSt étant maximum en IVPl (8,70 kg/100 kg m.i.), minimum à pression atmosphérique (7,31 kg/100 kg m.i.) et intermédiaire en IVPr (7,84 kg/100 kg m.i.). A 60 minutes de traitement, les GSt sont statistiquement différents ($P < 10^{-3}$), GSt étant maximum en IVPl (11,00 kg/100 kg m.i.) et minimum à pression atmosphérique (10,29 kg/100 kg m.i.). Néanmoins, après 120 minutes de traitement, les différences ne sont plus significatives, que le procédé soit conduit à pression atmosphérique, en IVPl ou en IVPr.

Même quand elles sont significatives, les différences entre traitements sont de faible magnitude, aussi bien en terme de PE qu'en terme de GSt. Elles ne dépassent jamais 1,5 kg/100 kg m.i. D'autre part, ces différences n'apparaissent pas systématiquement et ne sont pas amplifiées avec la durée de traitement. On peut donc considérer que les transferts de matière obtenus sur des gels dégazés et intacts ne sont pas différents selon que le procédé d'immersion est conduit à pression atmosphérique, en IVPl ou en IVPr.

II.2.3.6. Mise en évidence du rôle moteur des gaz occlus/dissous du produit

II.2.3.6.1. Effet d'un dégazage préalable de la viande sur son comportement en IVP

La figure II.46 représente les cinétiques de PE sous IVP et à pression atmosphérique de filets dégazés préalablement ou non et immergés dans une solution saturée en sel.

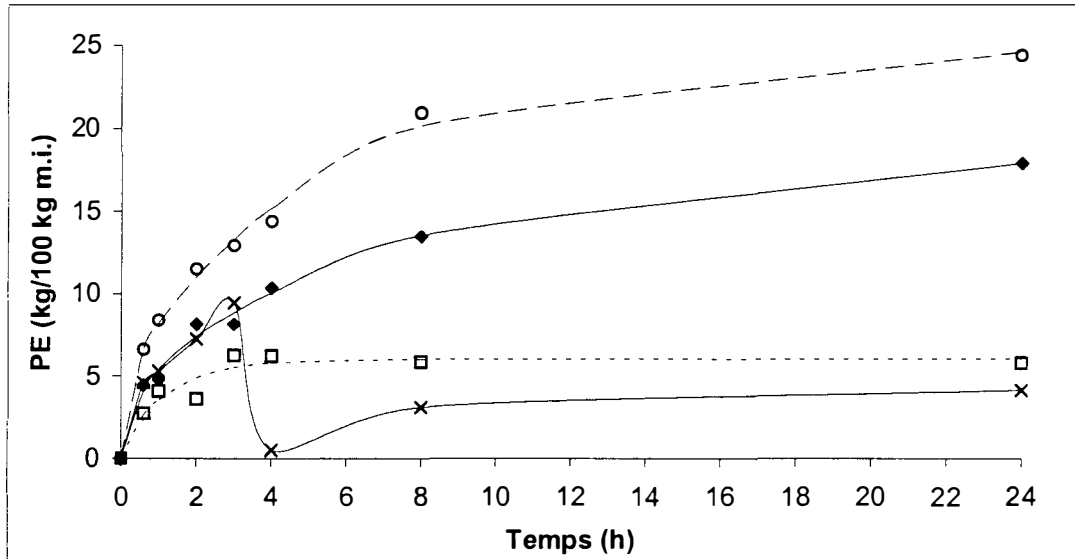


Figure II.46. Influence d'un dégazage préalable des filets de dinde sur la perte en eau en IVP et à pression atmosphérique en solution saturée en sel
Patm sans dégazage (◆) ; IVP sans dégazage (□) ; Patm avec dégazage (○) ;
IVP avec dégazage (×)

A pression atmosphérique, un dégazage préalable augmente significativement PE à chaque temps de traitement ($P < 0,05$). Sous IVP, un dégazage préalable n'a pas d'influence significative sur PE à 36 minutes, 1 heure, 3 heures, 4 heures, 8 heures et 24 heures mais présente une influence significative sur PE à 2 heures ($P < 0,05$).

A pression atmosphérique, le dégazage des filets de dinde se traduit par une augmentation significative de la PE. Ainsi, après 8 heures de traitement, PE vaut 13,47 kg/100 kg m.i. pour des filets n'ayant pas subi de dégazage, contre 20,91 kg/100 kg m.i. pour des filets préalablement dégazés.

La figure II.47 représente les cinétiques de GSt sous IVP et à pression atmosphérique de filets dégazés préalablement ou non et immergés dans une solution saturée en sel.

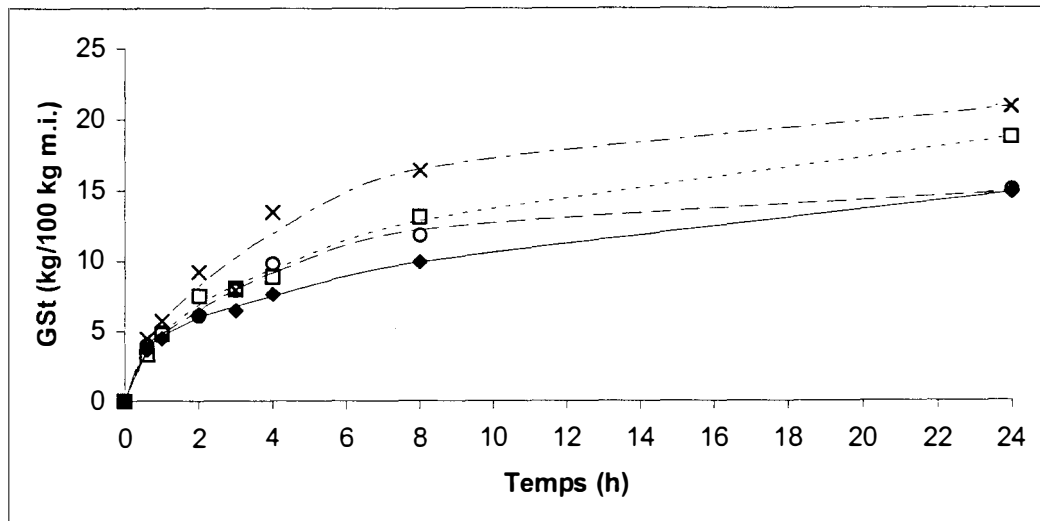


Figure II.47. Influence d'un dégazage préalable des filets de dinde sur le gain en sel en IVP et à pression atmosphérique en solution saturée en sel
Patm sans dégazage (◆) ; IVP sans dégazage (□) ; Patm avec dégazage (○) ;
IVP avec dégazage (×)

A pression atmosphérique, un dégazage préalable n'a pas d'effet significatif sur GSt à 36 minutes, 2 heures, 4 heures et 24 heures mais a un effet significatif sur GSt à 1 heure, 3 heures et 8 heures ($P < 0,05$). Sous IVP, un dégazage préalable n'a pas d'influence significative sur GSt à 1 heure, 2 heures, 3 heures, 8 heures et 24 heures mais présente une influence significative sur GSt à 36 minutes et 4 heures ($P < 0,05$).

Globalement, les GSt sont supérieurs après dégazage, à la fois sous vide et à pression atmosphérique, mais les différences observées sont nettement moins significatives que pour PE.

Notons qu'après 36 minutes de traitement, les PE et GSt de filets traités par IVP après dégazage ne sont pas statistiquement différents des PE et GSt de produits traités sans dégazage à pression atmosphérique. Après 1 heure, 2 heures et 3 heures de traitement, les GSt sont statistiquement différents ($P < 0,05$) alors que les PE ne sont pas statistiquement différents. Après 4 heures de traitement, les GSt observés sont significativement différents ($P < 0,05$) et il en va de même pour les PE ($P < 0,05$). A pression atmosphérique, PE est plus forte et GSt plus faible qu'en IVP sur filets dégazés. Ainsi, après 24 heures de traitement, des filets traités par IVP après dégazage subissent une PE de 4,12 kg/100 kg m.i. et un GSt de 20,82 kg/100 kg m.i. alors qu'à pression atmosphérique sans dégazage, PE vaut 17,85 kg/100 kg m.i. et GSt seulement 14,83 kg/100 kg m.i. Un traitement par IVP après dégazage n'est donc pas identique à un traitement à pression atmosphérique.

II.2.3.6.2. Essais sur gels transpercés

Les figures II.48 et II.49 représentent respectivement les cinétiques de PE et de GSt de cubes de gels transpercés et formulés à partir d'une solution riche en gaz dissous immergés dans une solution saturée en sel à 20 °C à pression atmosphérique, en IVPl et en IVPr (Conditions décrites au II.2.3.5.5.).

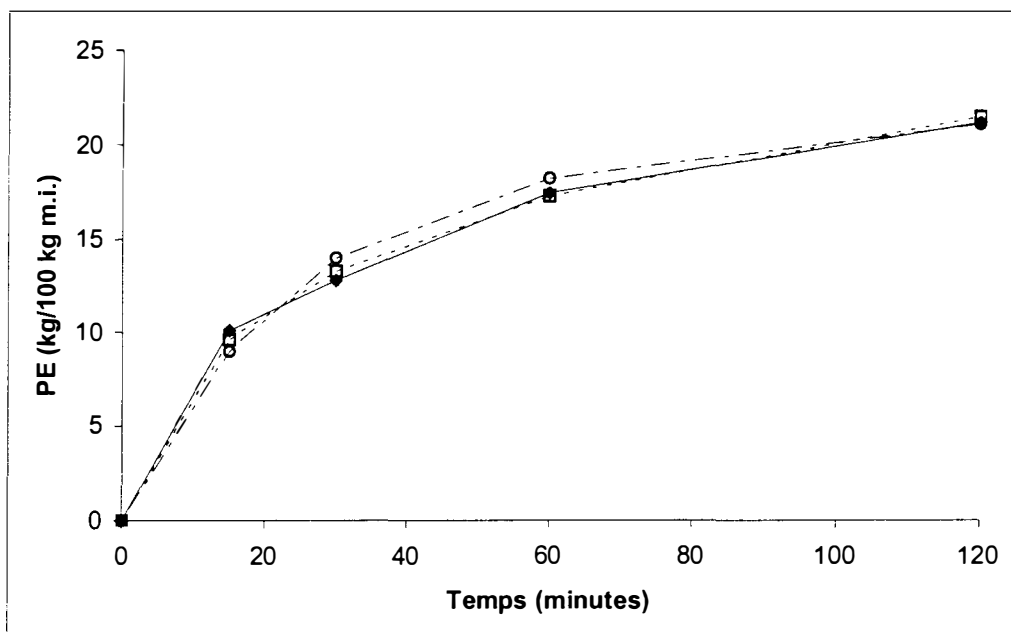


Figure II.48. Cinétiques de perte en eau de cubes de gels transpercés, non dégazés et immergés à pression atmosphérique, en IVP lente et en IVP rapide dans une solution saturée en sel à 20 °C
Patm (◆) ; IVPl (□) ; IVPr (○)

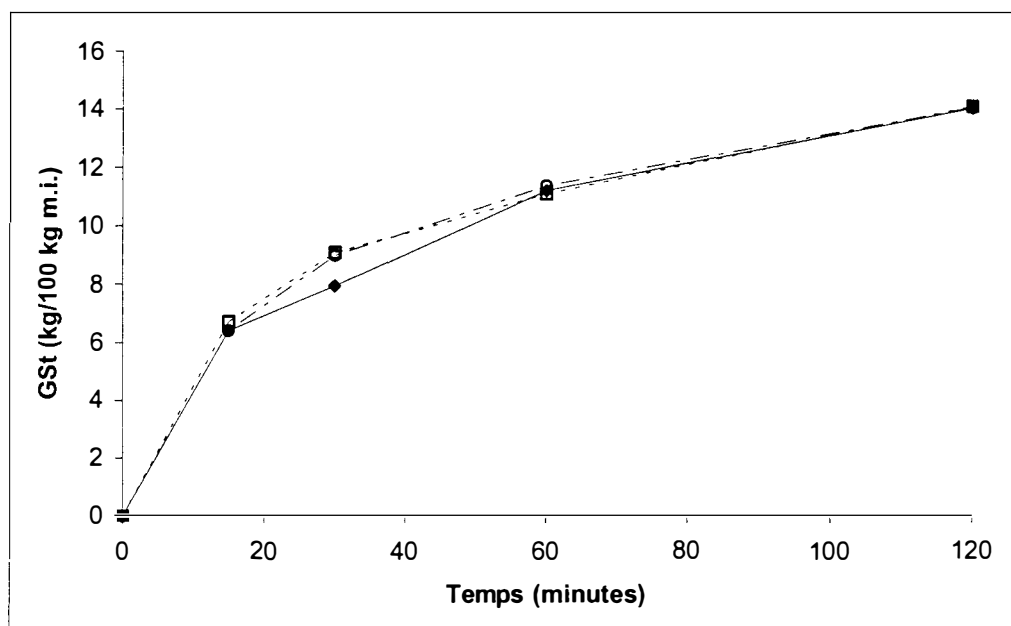


Figure II.49. Cinétiques de gain en sel de cubes de gels transpercés, non dégazés et immergés à pression atmosphérique, en IVP lente et en IVP rapide dans une solution saturée en sel à 20°C
Patm (◆) ; IVPl (□) ; IVPr (○)

L'observation des figures II.48 et II.49 montre que les cinétiques de PE et de GSt de cubes de gels non dégazés ne sont pas différentes, que le procédé soit conduit à pression atmosphérique ou sous différents régimes d'IVP.

A 15 minutes, des différences significatives sur PE sont observées ($P < 0,01$), PE étant maximale à pression atmosphérique (10,07 kg/100 kg m.i.) et en IVPl (9,59 kg/100 kg m.i.) et minimale en IVPr (8,95 kg/100 kg m.i.). Après 30 minutes, les différences sont toujours significatives ($P < 0,05$), PE étant maximale en IVPr (13,97 kg/100 kg m.i.), minimale à pression atmosphérique (12,77 kg/100 kg m.i.) et intermédiaire en IVPl (13,27 kg/100 kg m.i.). Notons que si les traitements en IVPr et à pression atmosphérique sont significativement différents, ils ne sont pas, chacun pris séparément, statistiquement d'un traitement en IVPl. A 60 minutes, les différences restent significatives, PE étant maximum en IVPr (18,26 kg/100 kg m.i.) et minimum en IVPl (17,31 kg/100 kg m.i.) et à pression atmosphérique (17,48 kg/100 kg m.i.). A 120 minutes de traitement, les différences de PE entre les différents traitements ne sont plus statistiquement significatives.

A 15 minutes, les GSt obtenus pour les différents traitements ne sont pas statistiquement différents. A 30 minutes, les différences entre les traitements deviennent significatives, GSt étant maximum en IVPl (9,06 kg/100 kg m.i.) et en IVPr (8,96 kg/100 kg m.i.) et minimum à pression atmosphérique (7,91 kg/100 kg m.i.). Après 60 minutes et 120 minutes de traitement, les différences entre GSt ne sont plus statistiquement significatives.

Si des différences significatives apparaissent en terme de PE et de GSt selon que le procédé est conduit à pression atmosphérique, en IVPl ou en IVPr, il convient de noter que ces différences sont d'une faible magnitude et qu'elles ne définissent aucune tendance précise. Ainsi, à pression atmosphérique, PE est significativement supérieure aux PE obtenues en IVPr après 15 minutes de traitement. *A contrario*, PE à pression atmosphérique est minimale après 30 et 60 minutes de traitement.

Les figures II.50 et II.51 représentent respectivement les cinétiques de PE et de GSt de cubes de gels transpercés, dégazés et immergés dans une solution saturée en sel à 20 °C à pression atmosphérique, en IVPl et en IVPr (Conditions décrites au II.2.3.5.5.).

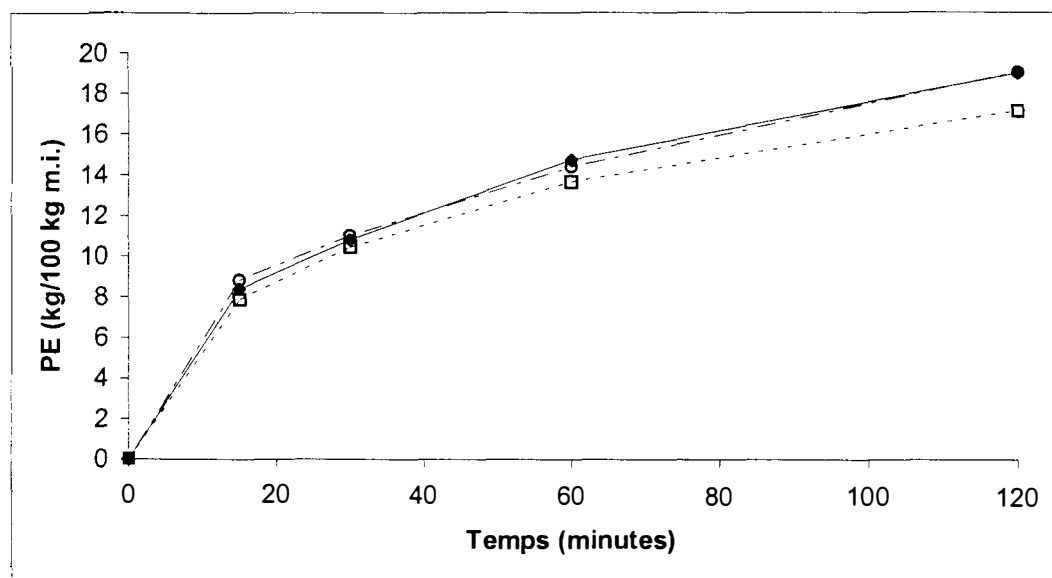


Figure II.50. Cinétiques de perte en eau de cubes de gels transpercés, dégazés immergés à pression atmosphérique, en IVP lente et en IVP rapide dans une solution saturée en sel à 20 °C

Patm (◆) ; IVPl (□) ; IVPr (○)

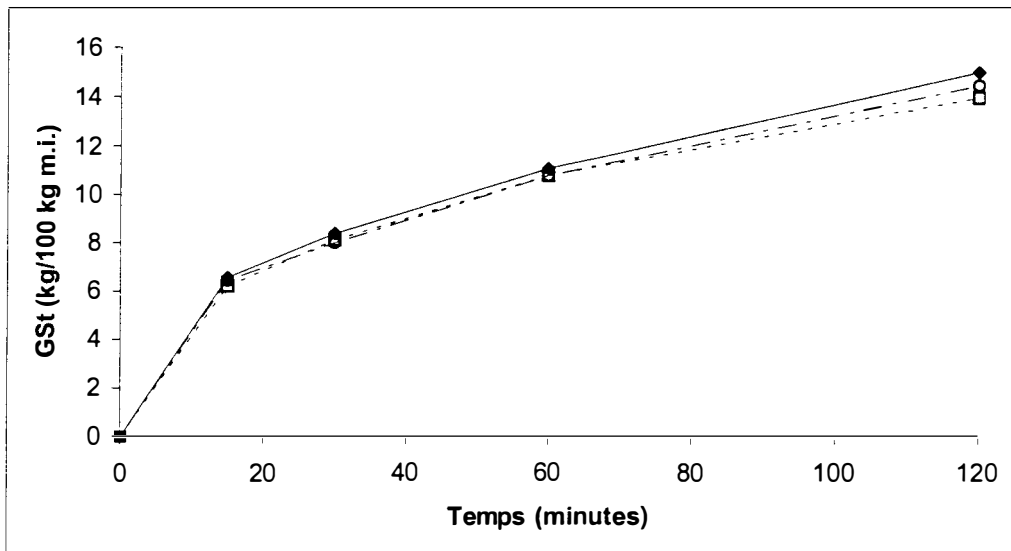


Figure II.51. Cinétiques de gain en sel de cubes de gels transpercés, dégazés et immergés à pression atmosphérique, en IVP lente et en IVP rapide dans une solution saturée en sel à 20°C
Patm (◆) ; IVPl (□) ; IVPr (○)

L'observation des figures II.50 et II.51 semble indiquer que les cinétiques de PE et de GSt de cubes de gels dégazés ne sont pas différentes, que le procédé soit conduit à pression atmosphérique ou sous différents régimes d'IVP.

L'analyse statistique des résultats pour PE montre qu'à 15 minutes de traitement, il existe des différences significatives entre les trois traitements ($P < 10^{-3}$), la perte en eau étant maximum (8,83 kg/100 kg m.i.) pour des gels traités en IVPr, minimale (7,88 kg/100 kg m.i.) pour des gels traités en IVPl et intermédiaire (8,39 kg/100 kg m.i.) à pression atmosphérique. A 60 minutes de traitement, il existe des différences significatives entre les trois traitements ($P < 10^{-3}$), la perte en eau étant maximum (14,90 kg/100 kg m.i.) pour des gels traités à pression atmosphérique, minimale (13,67 kg/100 kg m.i.) pour des gels traités en IVPl et intermédiaire (14,40 kg/100 kg m.i.) en IVPr. A 120 minutes, il existe des différences significatives entre les trois traitements ($P < 10^{-3}$), la perte en eau étant maximum pour des gels traités en IVPr (19,03 kg/100 kg m.i.) et à pression atmosphérique (18,99 kg/100 kg m.i.) et minimale (17,14 kg/100 kg m.i.) pour des gels traités en IVPl. Cependant, à 30 minutes, les PE ne sont pas significativement différentes, quel que soit le traitement. Les différences qui apparaissent pour la PE sont certes significatives. Néanmoins, d'une part leur magnitude est faible et d'autre part, elles ne laissent pas apparaître de tendance nette entre les différents traitements. En effet, si à 15 et 120 minutes, la PE est maximale pour l'IVPr, elle est intermédiaire après 60 minutes.

Pour ce qui concerne GSt, il n'y a pas de différence significative entre les trois traitements, quel que soit le temps de traitement.

II.2.3.6.3. Analyses des gaz

Les analyses menées par CPG sur les gaz émis par la viande de dinde immergée sous vide ont montré qu'il s'agit d'un mélange de 9,13 % (p/p) d'O₂, de 4,89 % de CO₂ et de 85,98 % de N₂ sur un total de 23 ml/100 g de viande.

Partie III

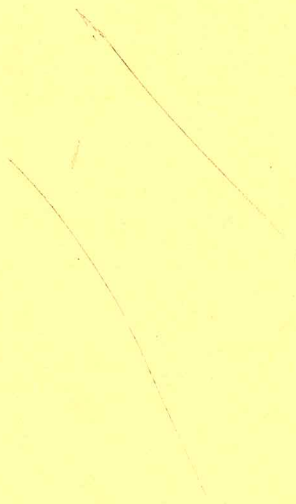
DISCUSSION

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT IN CHARGE
OF THE BUREAU OF
THE INSULAR AFFAIRS

FOR THE YEAR 1900

BY
J. M. HARRIS



DISCUSSION

Cette troisième partie discutera tout d'abord les résultats obtenus en déshydratation-imprégnation par immersion de viande de dinde, en solution ternaire, à basse température et à pression atmosphérique.

Dans un second temps, les résultats de la mise en œuvre de cycles alternant des phases de traitement sous vide et à pression atmosphérique seront discutés. Différentes variables de contrôles et différents paramètres non contrôlés seront discutés. Les réflexions menées sur les effets de ces variables et paramètres conduiront à proposer un modèle de représentation des phénomènes impliqués dans les transferts de matière en Immersion sous vide pulsé.

Enfin, les réflexions menées sur les procédés de déshydratation-imprégnation par immersion et d'immersion sous vide pulsé seront synthétisées et confrontées aux contraintes technologiques liées aux propriétés thermo-physiques des solutions concentrées mises en jeu. La superposition de ces contraintes technologiques et des possibilités physiques des procédés de déshydratation-imprégnation par immersion et d'immersion sous vide pulsé permettront de proposer un domaine d'application rationnel pour ces procédés et de déterminer leurs limites. En particulier, on montrera comment l'immersion sous vide pulsé permet d'étendre les potentialités de la déshydratation-imprégnation par immersion, en autorisant la formulation de produits impossibles à obtenir par déshydratation-imprégnation par immersion ou mettant en jeu des solutions de déshydratation-imprégnation par immersion technologiquement peu adaptées. Enfin, des moyens d'étendre les domaines d'application des procédés de déshydratation-imprégnation par immersion et d'immersion sous vide pulsé dans des conditions technologiques satisfaisantes seront proposés.

III.1. La déshydratation-imprégnation par immersion en solution ternaire à pression atmosphérique

III.1.1. Le gain en sel

Les interactions entre les concentrations en sel et en sirop de glucose sont significatives sur le gain en sel⁸². Aux fortes concentrations en sirop de glucose, le gain en sel est divisé par 4 et devient quasiment indépendant de la concentration en sel. Ces résultats confirment ceux obtenus sur gels modèles et sur d'autres produits carnés traités par Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) en solution ternaire (Collignan et Raoult-Wack, 1992 ; Collignan et Raoult-Wack, 1994 ; Deumier *et al.*, 1996 ; Emam-Djomeh *et al.*, 1996 ; Bohuon *et al.*, 1998). Ces auteurs ont interprété ces phénomènes d'interaction comme des conséquences de la formation en début de traitement d'une zone périphérique fortement concentrée en sucre à l'intérieur du produit, cette zone de forte concentration se maintenant pendant toute la durée de l'immersion (transferts internes limitants). L'existence de cette zone périphérique fortement concentrée en sucre diminuerait le coefficient de diffusion du sel. Bien que les coefficients de diffusion ternaires en solution eau-NaCl-sucre ne soient pas encore connus, Reinfelds et Gosting (1964) et Henrion (1964) ont montré que l'ajout de saccharose à une solution de KCl pouvait diviser par 11 le coefficient de diffusion du KCl. Cette

⁸² Cf. tableau II.4 et figure II.13

diminution du coefficient de diffusion obtenue par ajout de saccharose est peut être la conséquence des fortes viscosités développées par les solutions ternaires eau-NaCl-sucre (Bohuon *et al.*, 1997). D'autre part, l'existence d'une telle couche a été mise en évidence expérimentalement sur des aliments modèles (Raoult-Wack *et al.*, 1991) en solution binaire eau-saccharose et sur des produits végétaux (Lenart et Flink, 1984-b) en solution ternaire eau-sel-sucre. Cet effet doit être renforcé par la rétraction du produit déshydraté. La présence de sucre sur une faible épaisseur au voisinage de l'interface maintiendrait un fort gradient de concentration en sucre et favoriserait la migration de l'eau du cœur du produit vers l'interface. Il y a donc arrêt du soluté de forte masse molaire (ici, les sucres) en surface du produit, avec constitution d'une « membrane dense », d'où résulte un blocage de l'espèce de faible masse molaire (ici, le sel).

III.1.2. La perte en eau

Au cours du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion en solutions ternaires eau-sel-sirop de glucose, des pertes en eau importantes, pouvant atteindre 40 kg/100 kg, peuvent être obtenues à basse température (10 °C) sur des filets de 2 cm d'épaisseur et pour des durées de traitement de l'ordre de 24 heures. Aux faibles concentrations en sirop de glucose (0 à 500 g/kg), les effets directs des concentrations en sel et en sirop sur la perte en eau sont additifs. Entre 500 et 900 g/kg, l'effet de la concentration en sirop s'infléchit nettement et au-delà de 900 g/kg, la perte en eau n'augmente quasiment plus⁸³. Cette limitation de la perte en eau aux fortes concentrations peut être liée à un phénomène de viscosité.

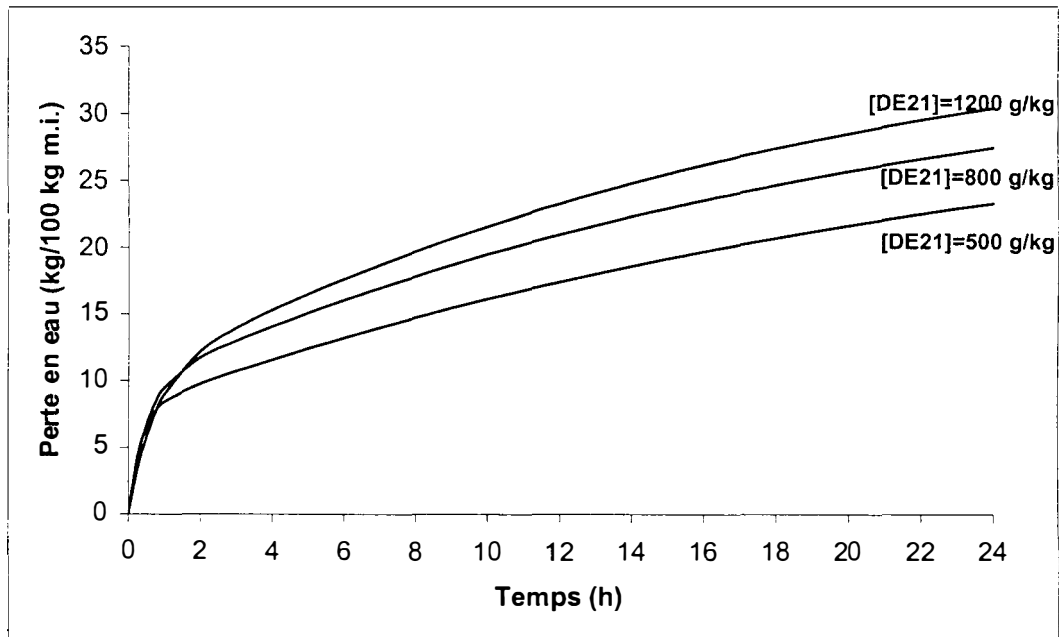


Figure III.1. Cinétiques simulées de perte en eau pour différentes concentrations en sirop de glucose avec $[\text{NaCl}] = 100 \text{ g/kg}$

La figure III.1 présente l'évolution en fonction du temps de la perte en eau de filets de dinde immergés dans des solutions ternaires, présentant une concentration en sel de 100 g/kg et des concentrations en sirop de glucose croissantes. La perte en eau est d'autant

⁸³ Cf. figure II.12

plus forte pour un temps donné que la concentration en sirop de glucose est importante. Cependant, quelle que soit cette concentration, 50 %, 75 % et 90 % de la perte en eau obtenue en 24 heures sont atteints en respectivement 4 heures, 14 heures et 18 h 30. D'un point de vue technologique, ces résultats montrent que la prolongation du temps de traitement au-delà de 14 heures présente relativement peu d'intérêt.

III.1.3. Le gain en sucres

L'imprégnation des filets en glucose est extrêmement rapide et ne semble pas s'expliquer uniquement par des phénomènes de diffusion⁸⁴. L'hypothèse de mécanismes d'adsorption en surface doit être rejetée, dans la mesure où, en moyenne, une masse de solution égale à 55 % de la masse de produit serait nécessaire pour aboutir aux teneurs en glucose mesurées dans le produit.

Si certains transporteurs de glucose restent actifs dans la viande, la vitesse de l'imprégnation en glucose pourrait être expliquée grâce à ces mécanismes de diffusion facilitée⁸⁵. Néanmoins, si de tels transporteurs sont impliqués dans ce phénomène, ils doivent être non insulino-dépendants et fonctionner sans dépense d'ATP. Le transporteur *Glut-1* répond à ces contraintes. L'hypothèse de l'intervention de transporteurs membranaires de glucose *Glut-1* paraît donc vraisemblable. En effet, la littérature permet d'affirmer que ces transporteurs sont présents dans les muscles qui ont été utilisés dans la présente étude. Ils s'expriment toujours après congélation *in vivo*. Il reste néanmoins à préciser si la congélation bloque ces transporteurs de façon réversible ou si leur expression après congélation n'est liée qu'à un renouvellement des transporteurs par synthèse cellulaire, les transporteurs préalablement existant ayant été détruits par la congélation. D'autre part, ces transporteurs semblent conserver une partie de leur activité dans les conditions de pH et de température de la viande traitée par déshydratation-imprégnation par immersion (pH 5,5 à 6,0 et température de 10 °C). Cependant, il paraît *a priori* délicat d'affirmer que ces transporteurs restent actifs dans un muscle mort. En effet, une telle affirmation sous-entend à la fois une relative indépendance de ces molécules complexes vis-à-vis des paramètres physiologiques du muscle et une dégradation des transporteurs très lente. A ce sujet, la demi-vie de *Glut-1* a été déterminée comme égale à 6 h (Khayat *et al.*, 1998), à 14 h (McMahon et Frost, 1995) et à 19 h (Sargeant et Paquet, 1993) dans des conditions physiologiques normales, mais elle pourrait dépasser 50 h en situation de privation de glucose (McMahon et Frost, 1995). Enfin, il convient de noter que certains transporteurs de glucose insulino-dépendants, comme *Glut-4*, peuvent subir une translocation depuis leur *pool* intracellulaire vers les membranes des cellules musculaires uniquement sous l'effet de la contraction et sans intervention de l'insuline (Cushman *et al.*, 1998 ; Roy *et al.*, 1997 ; Lund *et al.*, 1995). Un tel mécanisme pourrait éventuellement se produire lors de l'établissement de la *rigor mortis*, ce qui aurait pour conséquence une présence non négligeable de transporteurs de glucose de type *Glut-4* sur les membranes des cellules musculaires.

Les travaux réalisés démontrent également que plus la masse molaire d'un sucre du sirop de glucose est élevée, plus sa dynamique d'imprégnation est lente. Pour des temps de traitement courts, les sucres ayant pénétrés la viande sont majoritairement les sucres de plus faible masse molaire, essentiellement glucose, maltose et malto-triose. Pour des temps de traitement plus longs, la composition en sucre des produits traités par déshydratation-

⁸⁴ Cf. figure II.9 et tableau II.4

⁸⁵ Cf. fin du paragraphe I.2.1.2.5.

imprégnation par immersion s'équilibre en terme de fraction massique⁸⁶. Cependant, en terme de fraction molaire, les molécules de sucres de faible masse molaire sont fortement majoritaires, en particulier le glucose, comme le montre la figure III.2, qui représente la fraction molaire de chaque sucre ayant imprégné le produit à différents temps de traitement.

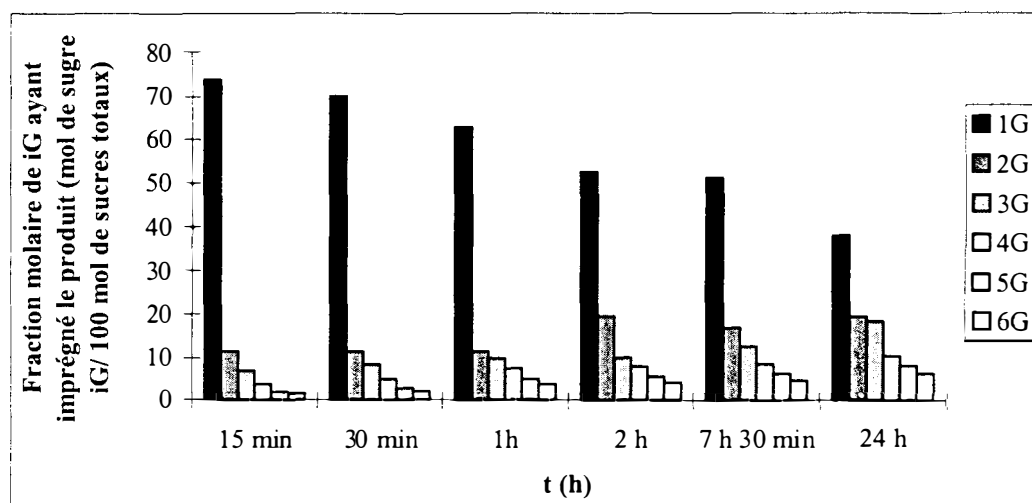


Figure III.2. Fractions molaires de chaque sucre ⁱG rapportées aux sucres totaux transférés dans des filets de dinde immergés dans une solution ternaire ($C_{st}=175$ g/kg - $C_{su}=475$ g/kg) à différents temps de traitement

Les sirops de glucose sont des solutions aqueuses purifiées de saccharides, obtenues par hydrolyse contrôlée d'amidon, par voie acide et/ou enzymatique. Chaque type de sirop de glucose présente un spectre original de composition en glucides (Dziedzic et Kearsley, 1984).

De nombreux travaux ont montré qu'en déshydratation-imprégnation par immersion, le gain en sucres diminuait lorsque la masse moléculaire moyenne du sucre ou du sirop utilisé dans la solution augmentait, toutes choses égales par ailleurs, en particulier sur des produits carnés (Collignan et Raoult-Wack, 1994). Ce résultat est compatible avec le fait que le coefficient de diffusion mutuel d'un système eau-sucre est d'autant plus faible que la masse molaire du sucre est forte (Sano et Yamamoto, 1993). Les sirops de glucose de DE21 utilisés dans cette étude contiennent 3 % de glucose, 7 % de maltose et 90 % d'oligosaccharides plus complexes. Aussi, les sucres de masse molaire la plus faible sont-ils également les moins représentés en solution.

Néanmoins, si l'imprégnation en sucres est relativement forte en déshydratation-imprégnation par immersion, les sucres qui pénètrent la viande présentent un pouvoir sucrant assez faible. En effet, les seuils moyens de perception de la saveur sucrée sont respectivement égaux à 0.75, 1.07, et 2.00 % (m/v) pour le glucose, le maltose et le sirop de glucose de DE21. Si le glucose a un pouvoir sucrant de 100, celui du maltose vaut 43 et celui du sirop de glucose de DE21 est égal à 22 (Dziedzic et Kearsley, 1984).

Il apparaît également que lorsque la concentration en sel augmente, le gain en glucose augmente très légèrement.

⁸⁶ Cf. figure II.11.b

A l'occasion de cette étude, la qualité des réponses obtenues sur le gain en sucres s'est avérée particulièrement bonne, par rapport aux travaux antérieurs réalisés. Aussi, le choix de travailler sur la racine carrée de la concentration en sucres dans le plan d'expériences s'est montré particulièrement judicieux. D'autre part, la méthode de mesure des teneurs en sucres par chromatographie ionique est à recommander pour les études ultérieures.

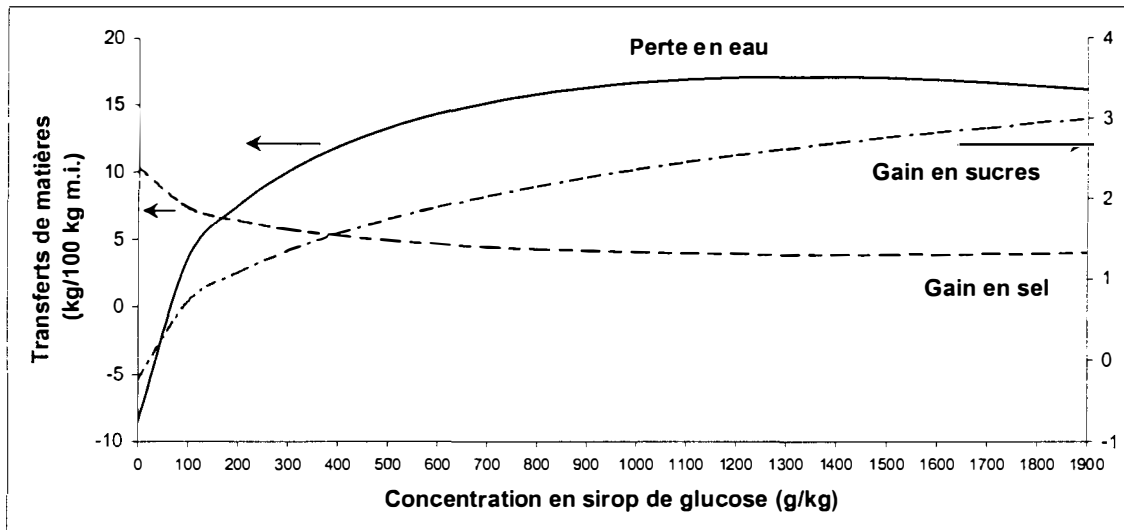


Figure III.3. Transferts de matière simulés en fonction de la concentration en sirop de glucose avec $[\text{NaCl}] = 175 \text{ g/kg}$ et $t = 5 \text{ heures}$

La figure III.3 représente la perte en eau, le gain en sel et le gain en sucres en fonction de la concentration en sirop de glucose, pour des filets de dinde immergés pendant 5 heures dans une solution ternaire contenant également 175 g de sel/kg d'eau. Il apparaît que 50 %, 75 % et 90 % de la perte en eau maximale sont atteints respectivement pour des concentrations en sirops de 200, 550 et 800 g/kg. De même, 50 %, 75 % et 90 % du gain en sucres maximal sont respectivement atteints pour des concentrations en sirop de 350, 900 et 1400 g/kg. Enfin, 50 %, 75 % et 90 % de l'effet barrière de la concentration en sirop sur le gain en sel sont obtenus pour des concentrations en sirop valant respectivement 100, 350 et 600 g/kg. Il apparaît donc qu'en termes de déshydratation, la mise en œuvre de solutions, dont la concentration en sirop dépasserait les 800 g/kg, présente peu d'intérêt. Dans le but de limiter l'imprégnation en sucres, l'utilisation de solutions de concentration en sirop inférieure à 350 g/kg devrait être recommandée. Enfin, la mise en place de l'effet barrière de la concentration en sirop sur le gain en sel est réalisée pour de très faibles concentrations en sirop (100 g/kg). Bohuon *et al.* (1998) ont montré qu'en solution ternaire eau-NaCl-saccharose, la perte en eau augmente de façon continue en fonction de la concentration en sucre dans des conditions de convection forcée et qu'elle ne se stabilise aux fortes concentrations en sucre qu'en convection naturelle. Comme la perte en eau atteint un plateau pour les fortes concentrations en sucres, nous pouvons supposer que le traitement a été réalisé dans des conditions de convection naturelle. Le dispositif expérimental n'entretient donc pas une agitation suffisante aux fortes concentrations en sucres, probablement à cause de la forte viscosité des solutions mises en jeu.

III.2. L'immersion sous vide pulsé

L'Immersion sous Vide Pulsé (IVP) ayant montré sur les produits végétaux qu'elle augmentait notablement le gain en soluté sans modification sensible de la perte en eau, ce procédé pourrait constituer une alternative à la déshydratation-imprégnation par immersion intéressante pour la formulation de produits de salaison faiblement déshydratés.

III.2.1. Effets principaux et positionnement du problème

Afin d'évaluer le procédé d'immersion sous vide pulsé, nous avons été conduits à choisir de travailler avec des solutions binaires eau-NaCl. En effet, les propriétés de ces solutions sont mieux connues que celles des solutions ternaires. Le choix du sel comme soluté «modèle» repose sur le fait que c'est l'ingrédient de salaison le plus utilisé.

Le procédé d'immersion sous vide pulsé se traduit par une modification très significative des transferts de matière par rapport à une immersion à pression atmosphérique. En effet, le rendement massique augmente en immersion sous vide pulsé et devient supérieur à 100 %. Cette augmentation est la conséquence d'une perte en eau plus faible (jusqu'à un gain en eau) et d'un gain en sel plus fort (jusqu'à + 150 %) en immersion sous vide pulsé⁸⁷. D'autre part, les transports de matière à cœur sont plus rapides en immersion sous vide pulsé qu'en immersion à pression atmosphérique⁸⁸. Dans la mesure où il n'existe aucune raison physique connue pour que le vide modifie les coefficients de diffusion du sel et de l'eau, l'hypothèse d'un unique transport diffusif en immersion sous vide pulsé est rejetée. A partir des travaux menés sur les fruits, l'hypothèse de mécanismes hydrodynamiques d'infiltration de la solution dans le produit est donc envisagée. Néanmoins, de tels mécanismes supposent l'existence d'une porosité du produit. Dès lors, trois mécanismes de transferts doivent être discutés :

- Diffusion entre la surface extérieure du produit et la solution exogène
- Infiltration d'une masse donnée de solution dans le produit
- Diffusion entre la surface intérieure du produit et la solution infiltrée

La question de l'importance relative de ces trois mécanismes est posée. Cependant, une telle hypothèse ne saurait être envisagée tant que la notion de porosité de la viande n'est pas précisée et validée.

D'autre part, les variables de contrôle des cycles (nombre de cycles, rapport cyclique, temps de traitement) ne sont pas indépendantes entre elles, ce qui complexifie beaucoup la hiérarchisation de ces variables.

III.2.2. La structure de la viande et ses conséquences sur les transferts de matière en immersion sous vide pulsé

Dans un premier temps, nous discuterons les résultats obtenus par rapport à la structure du produit. Les essais comparatifs d'immersion sous vide pulsé et d'immersion à

⁸⁷ Cf. figures II.21-II.23

⁸⁸ Cf. figures II.27-II.28

pression atmosphérique en solution faiblement concentrée ont montré que la masse de la viande immergée dans une solution faiblement concentrée augmente plus en immersion sous vide pulsé qu'en immersion à pression atmosphérique⁸⁹. L'augmentation de la masse du filet immergé à pression atmosphérique indique que la viande s'hydrate par simple contact avec la solution faiblement concentrée. Ce phénomène est bien connu dans la filière de la volaille. En effet, Veerkamp (1989) précise que le gain en eau, observé sur des carcasses de dinde subissant un refroidissement par immersion dans de l'eau à + 4 °C, peut atteindre 15 kg d'eau pour 100 kg de carcasse.

D'autre part, le gain de masse est significativement supérieur en immersion sous vide pulsé et il est d'autant plus fort que la pression sous vide est plus faible⁹⁰. Ces deux grandeurs étant apparemment proportionnelles, une porosité apparente de la viande de dinde a été calculée et vaut 1,7 % (v/v). Néanmoins, cette valeur n'a été établie que pour un seul cycle et il est probable que la porosité de la viande évolue au cours du procédé d'immersion sous vide pulsé, par déstructuration progressive de la viande. En effet, en immersion sous vide pulsé en conditions d'ébullition, l'effet du débit évaporatoire est tel qu'on peut observer visuellement une augmentation de volume très importante de la viande, estimée à environ 20 % (v/v).

Les transferts de matière observés à pression atmosphérique sur des cubes de gel et sur des cubes de viande de dinde sont quantitativement assez similaires⁹¹, comme l'indique la figure III.4 qui représente les cinétiques de perte en eau et de gain en sel obtenus à 20 °C sur des cubes de gel et de viande.

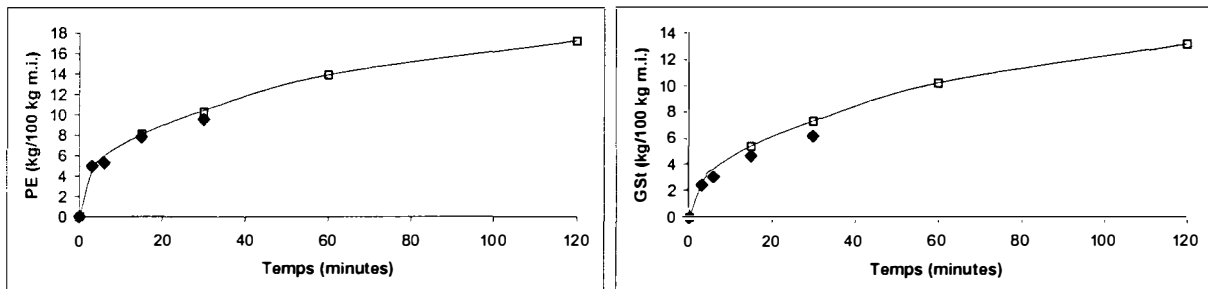


Figure III.4. Comparaison des cinétiques de perte en eau et de gain en sel sur des cubes de viande de dinde (◆) et des cubes de gel (□) à pression atmosphérique

On peut considérer que globalement, les transferts diffusifs sur gels sont représentatifs des transferts diffusifs sur viande de dinde. Or, contrairement à ce qui a pu être observé sur la viande de dinde, l'immersion sous vide pulsé sur une structure non poreuse de type gel n'induit pas de modifications significatives des transferts de matière par rapport à une immersion à pression atmosphérique⁹². Dans le même ordre d'idées, on n'obtient pas de

⁸⁹ Cf. figure II.24

⁹⁰ Cf. figure II.30

⁹¹ Les pertes en eau obtenues après 15 et 30 minutes respectivement sur gels et sur viande ne sont pas significativement différentes. Cependant, les gains en sel sont en moyenne significativement différents à 15 et à 30 minutes ($P < 0,01$) mais les tests de Bartlett et Cochran montrent que les variances sont également significativement différentes, ce qui viole le principe de l'analyse de variance et n'autorise pas une comparaison statistiquement rigoureuse des moyennes. Le gain en sel obtenu sur viande est toujours un peu plus faible que sur gel.

⁹² Cf. figures II.44-II.45

différences entre immersion sous vide pulsé et immersion à pression atmosphérique sur des gels perforés, dont les pores n'ont pas été évidés⁹³. Enfin, l'observation de l'effet de cycles de vide sur des gels transpercés, dont les pores ont été évidés (diamètre égal à environ 0,4 mm), montre que les pores évidés se remplissent de solution exogène lors de la remise à pression atmosphérique et que la solution, est expulsée lors de la remise sous vide. Il apparaît donc que l'immersion sous vide pulsé ne modifie les transferts de matière que sur des structures poreuses, dès lors que le diamètre du pore est suffisant. Lorsque les pores sont de trop petite taille, un phénomène de *collapse* survient probablement et bloque l'infiltration de la solution dans la structure du produit.

III.2.3. Présence et influence des gaz dans la viande et voies d'infiltration de la solution

D'après Fito (1994), les gaz du produit jouent un rôle important sur les mécanismes de transports de matière observés en immersion sous vide pulsé de produits végétaux. Ce rôle sera discuté ici dans le cas de produits animaux. L'extraction des gaz occlus et/ou dissous de la viande ont montré que la viande de dinde dispose d'une réserve d'au moins 23 ml de gaz pour 100 g de viande (à pression atmosphérique et à 25 °C). L'analyse de ces gaz ayant abouti à une composition assez proche de l'air. Ces gaz peuvent être d'origines diverses. Tout d'abord, le réseau capillaire du muscle de dinde vidé de son sang (Byers et Snyder, 1984; Kurmoth *et al.*, 1994 ; Snyder, 1995) est un réservoir potentiel de gaz occlus. D'autre part, le dioxyde de carbone excrété en très faible quantité (consommation des réserves d'oxygène) par le muscle après l'abattage (Jouve *et al.*, 1991) et surtout les gaz de l'atmosphère qui ont pu se dissoudre au contact de la viande exposée au milieu ambiant (Kilic et Cassens, 1998) sont deux sources potentielles de gaz dissous.

Les essais réalisés au cours de cette étude ont montré qu'un dégazage préalable de viande n'induisait pas de différence significative sur les transferts de matière en immersion sous vide pulsé par rapport au même produit traité sans avoir été dégazé⁹⁴. La quantité de gaz occlus et/ou dissous ne semble donc pas jouer un rôle moteur prépondérant sur les phénomènes observés en immersion sous vide pulsé. Ce constat n'est pas incompatible avec le mécanisme envisagé. En effet, si le dégazage de la viande induit l'apparition de et/ou amplifie la porosité de la viande, le fait qu'il ait été réalisé avant immersion sous vide pulsé ou pendant le(s) premier(s) cycle(s) d'immersion sous vide pulsé n'a probablement pas d'influence sur ce mécanisme. D'autre part, les mécanismes proposés attribuent un rôle important aux gaz résiduels de la viande, qui permettent les phénomènes d'expulsion de la solution occluse lors de la mise sous vide et l'infiltration de la solution exogène lors de la remise à pression atmosphérique.

L'infiltration de la solution le long des fibres musculaires de la viande est compatible avec les observations réalisées par Gill et Pensey (1990) et Bruce *et al.* (1996), qui ont mis en évidence l'apparition d'une porosité le long des fibres musculaires lors de la cuisson d'une viande. C'est probablement au niveau de ces zones de plus faible cohésion que se produit la déstructuration de la viande au cours des cycles de vide et l'augmentation de porosité.

La notion de porosité de la viande ayant été éclaircie précédemment, la présence de gaz occlus et/ou dissous dans la viande ayant été validée expérimentalement et le dégazage

⁹³ Cf. figures II-50-II.51

⁹⁴ Cf. figures II.46-II.47

des filets de viande ayant été constaté, l'hypothèse de mécanismes hydrodynamiques de substitution des gaz occlus et/ou dissous du produit par de la solution exogène dans les pores devient envisageable. Cette hypothèse est rendue d'autant plausible que la présence d'une barrière physique, comme l'épimysium sur une face des filets, limite considérablement les transferts de matière en immersion sous vide pulsé, alors qu'elle ne perturbe pas les mécanismes diffusifs en immersion à pression atmosphérique⁹⁵.

III.2.4. Approche dynamique des mécanismes

III.2.4.1. Infiltration de la solution dans les pores du produit

Les essais réalisés en solution colorée ont bien mis en évidence l'existence d'une infiltration de la solution dans la viande⁹⁶. Il n'est pas trivial d'envisager que la solution occluse soit systématiquement évacuée du produit, par exemple par phénomène de *collapse* des pores de la viande. En effet, on peut imaginer que l'élasticité de la viande est suffisante pour refermer les pores, qui ont été formés lors de la mise sous vide et qui ont été remplis de solution lors du rétablissement de la pression atmosphérique. Cependant, un tel phénomène est incompatible avec le gain de masse observé sur des produits traités en immersion sous vide pulsé dans une solution faiblement concentrée. En effet, ce gain de masse est supérieur à celui obtenu par immersion à pression atmosphérique⁹⁷.

Pourtant, les effets de l'immersion sous vide pulsé sur les transferts de matière ne peuvent s'expliquer en totalité par le cumul de transferts diffusifs et de l'infiltration d'une quantité de solution concentrée donnée dans la structure intime du produit. En effet, d'une part on a montré que l'estimation de la masse de solution infiltrée nécessaire pour expliquer les différences de gain en sel entre immersion sous vide pulsé et immersion à pression atmosphérique était différente de l'estimation de la masse de solution infiltrée nécessaire pour expliquer les différences de perte en eau dans les mêmes conditions⁹⁸. D'autre part, la masse de solution théoriquement infiltrée peut atteindre 25 kg/100 kg, ce qui est très supérieur à ce qu'une porosité de 1,7 % peut laisser présager. Enfin, l'effet du nombre de cycles sur la perte en eau est très différent de l'effet du nombre de cycles sur le gain en sel, toutes choses égales par ailleurs⁹⁹. C'est pourquoi il paraît difficile d'expliquer les différences de transferts de matière entre immersion sous vide pulsé et immersion à pression atmosphérique par une seule infiltration d'une quantité de solution dans les pores de la viande.

Le cas de l'immersion sous vide pulsé en conditions d'ébullition est intéressant dans la mesure où les fortes densités de coloration observées montrent que c'est en immersion sous vide pulsé en conditions d'ébullition que la solution pénètre le plus à cœur du produit¹⁰⁰. Cependant, cette profondeur d'infiltration ne se traduit pas par un gain en sel plus important. Au contraire, le gain en sel obtenu en immersion sous vide pulsé en conditions d'ébullition est plus faible que le gain en sel obtenu en immersion sous vide pulsé rapide¹⁰¹. Cependant, il apparaît que la relation liant densité de coloration et gain en sel en immersion sous vide pulsé

⁹⁵ Cf. figures II.39-II.40

⁹⁶ Cf. tableau II.14

⁹⁷ Cf. figure II.24

⁹⁸ Cf. figures II.25-II.26

⁹⁹ Cf. figures II.34-II.36

¹⁰⁰ Cf. tableau II.14

¹⁰¹ Cf. figure II.42

en conditions d'ébullition est différente¹⁰² de celles obtenues en immersion à pression atmosphérique, immersion sous vide pulsé lente et immersion sous vide pulsé rapide. Deux hypothèses peuvent expliquer ce phénomène. Tout d'abord, on peut imaginer que la solution infiltrée est expulsée des pores en immersion sous vide pulsé en conditions d'ébullition. D'autre part, l'ébullition se traduit par un intense flux volumique de vapeur et de nombreuses turbulences au voisinage du produit. On peut supposer que ces turbulences, liées au flux de bulles de vapeur, perturbent le contact entre la surface du produit et la solution exogène et diminuent les mécanismes diffusifs.

Nous constatons ainsi qu'au cours du procédé d'immersion sous vide pulsé, une quantité de solution concentrée s'infiltré dans les pores du produit et reste prisonnière au moins pour partie après remise à pression atmosphérique. Cependant, cette infiltration n'explique pas à elle seule les différences entre les transferts de matière observés en immersion à pression atmosphérique et en immersion sous vide pulsé.

III.2.4.2. Contribution du phénomène de dilution de la solution infiltrée

Afin de rendre compte de ces différences, il est possible d'envisager le phénomène suivant : les pores du produit sont infiltrés par la solution exogène pendant les phases des cycles à pression atmosphérique. En conséquence de cette imprégnation, la surface d'échanges entre le produit et la solution augmente. Cette surface est importante, ce qui doit avoir pour conséquence que les échanges diffusifs survenant dans ce compartiment interne sont très rapides. C'est pourquoi, on peut supposer que la solution infiltrée se dilue rapidement. Cette dilution ne peut probablement pas être compensée par diffusion du sel de la solution exogène vers la solution infiltrée. En effet, le contact entre ces deux compartiments se limite à la somme des diamètres des pores en surface de la viande.

Dans le cas du saumurage de produits d'origine animale à pression atmosphérique, une concentration en sel minimale est indispensable à l'obtention d'une perte en eau (Reay, 1936 ; Deng, 1977 ; Slabyj *et al.*, 1987 ; Harfouch, 1990). Afin de mettre en évidence les concentrations critiques annulant la variation de masse et la perte en eau, la figure III.5 représente les transferts de matière obtenus en immersion à pression atmosphérique sur des cubes de dinde de 2 cm d'arête à différentes concentrations en sel dans la solution. Il apparaît que la perte en eau s'annule à partir de 184 g/kg et que la variation de masse devient nulle à partir de 270 g/kg. On peut définir un régime d'hydratation lorsque la concentration en NaCl de la solution est inférieure à 184 g/kg, un régime de déshydratation à rendement massique positif lorsque cette concentration est supérieure à 184 g/kg et inférieure à 270 g/kg et un régime de déshydratation à rendement massique négatif lorsque la concentration en sel est supérieure à 270 g/kg.

En considérant que les modifications des transports de matière en immersion sous vide pulsé ne s'expliquent que par des phénomènes de diffusion interne de la solution infiltrée dans le produit, l'estimation de la surface d'échange théoriquement mise en jeu varie considérablement et devrait atteindre des valeurs de l'ordre de 6,6 fois la surface externe pour expliquer à elle seule le phénomène. Le tableau III.1 regroupe en effet les estimations de la géométrie des pores supposés cylindriques (rayon et longueur) mettant en jeu une surface

¹⁰² A densité de coloration identique, le gain en sel obtenu en immersion sous vide pulsé en conditions d'ébullition est plus faible que pour les traitements d'immersion sous vide pulsé sans ébullition et d'immersion à pression atmosphérique.

d'échange interne compatible avec l'estimation de la surface d'échange interne établie dans le tableau II.11, en considérant que la porosité de la viande vaut 2 % et que le rayon des pores (r) est négligeable devant leur longueur (l). Les rayons estimés varient de 20 à 1977 μm (1 à 100) et les longueurs de pores estimées varient de 0,11 à 123 m (1 à 1000). Ces résultats étant très variables, ils semblent invalider l'hypothèse selon laquelle les différences entre immersion sous vide pulsé et immersion à pression atmosphérique ne seraient explicables que par une diffusion interne entre les pores du produit et la solution occluse.

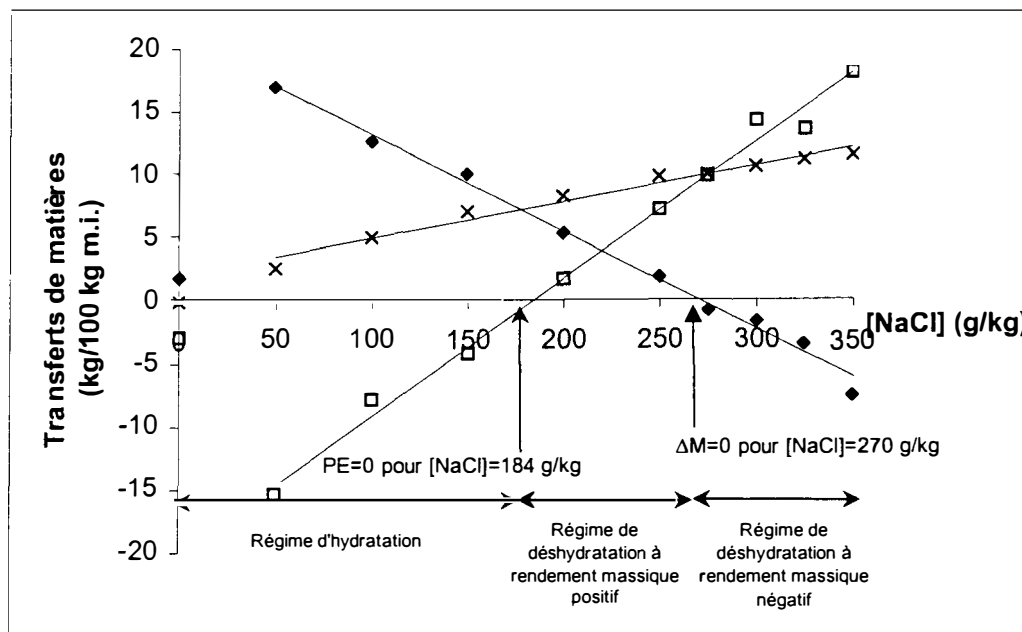


Figure III.5. Effet de la concentration en NaCl de la solution sur la variation de masse (◆), la perte en eau (□) et le gain en sel (×), obtenus après immersion de cubes viande de dinde (2 cm d'arête) pendant 4 heures à pression atmosphérique.

Tableau III.1. Estimation de la géométrie des pores permettant d'aboutir à l'augmentation de surface nécessaire à l'explication des différences entre immersion sous vide pulsé et immersion à pression atmosphérique par des mécanismes de diffusion interne entre le produit et la solution

Géométrie (cm ³)	Mode	S (×10 ⁻³ m ²)	V (×10 ⁻⁶ m ³)	ΔS (%)	r (μm)	l (m)
2 × 2 × 2	IVPl	2,40	8	+ 44	303	0,55
2 × 2 × 2	IVPr	2,4	8	+ 428	31	52
2 × 2 × 2	IVPr	2,4	8	+ 656	20	123
7 × 5 × 2	IVPl	11,8	70	+ 12	1977	0,11
7 × 5 × 2	IVPl	11,8	70	+ 284	83	64
7 × 5 × 2	IVPl	11,8	70	+ 185	128	27

A partir des dimensions estimées des rayons et longueurs des pores, il est possible d'évaluer pour un rayon de pores donné le temps de contact entre la solution infiltrée et la surface interne des pores du produit nécessaire à l'obtention d'une dilution suffisante pour

modifier le sens des transferts de matière (voir annexe 9.1). Notons que les transferts d'eau ont été négligés dans ce calcul, mais que leur contribution diminuerait encore les temps de traitement nécessaires, puisque le transfert initial de l'eau du produit vers la solution dilue encore plus la saumure infiltrée. Les calculs (annexe 9.2) montrent que pour des rayons de l'ordre de 10^{-3} m, 120 à 140 secondes de mise en contact suffisent pour diluer la solution infiltrée jusqu'à 270 g/kg, valeur pour laquelle la perte en eau et le gain en sel sont égaux. Après 190 à 270 secondes, la concentration en sel de la solution infiltrée devient égale à 184 g/kg, valeur pour laquelle la perte en eau s'annule. Enfin, après 450 à 460 secondes, la concentration de la solution occluse atteint 50 g/kg. Dans ces conditions de concentration, les transferts entre la solution occluse et la surface interne des pores du produit correspondent à un fort gain en eau et un faible gain en sel. Pour des pores présentant un rayon de l'ordre de 10^{-4} m, les concentrations de 270, 184 et 50 g/kg sont atteintes en moins de 5 secondes, pour une viande présentant des teneurs en sel initiales de 0 à 100 g/kg. Pour des pores de rayon inférieur, la solution infiltrée atteint quasi instantanément des niveaux de dilution extrêmement élevés. Les rayons des pores ayant été estimés entre 2×10^{-5} et 2×10^{-3} m, les concentrations critiques de 270 et 184 g/kg sont atteintes en quelques secondes pour la plupart des pores et au maximum en quelques minutes pour les pores les plus larges. L'ordre de grandeur de ces valeurs est inférieur (ou au pire égal) aux valeurs de t_3 (durée du maintien à pression atmosphérique). Dans ces conditions, le phénomène de dilution de la solution infiltrée dans les pores de la viande doit théoriquement se produire.

On remarque néanmoins que le rapport cyclique (rapport entre la durée de maintien du vide et la durée de maintien à pression atmosphérique au cours d'un cycle) influence notablement les transferts de matière. Ainsi, la diminution de la perte en eau et l'augmentation du gain en sel caractéristiques de l'immersion sous vide pulsé sont favorisés lorsque la phase de traitement sous vide est longue et lorsque la phase complémentaire de traitement à pression atmosphérique est courte¹⁰³. En imaginant que la solution ne reste pas prisonnière du produit, les différences entre immersion sous vide pulsé et immersion à pression atmosphérique ne s'expliqueraient que par un phénomène de dilution de la solution occluse qui modifierait les transferts de matière diffusifs à l'intérieur du produit. Aussi, ces transferts ne pouvant être réalisés que pendant la phase du cycle à pression atmosphérique, la durée de cette phase favoriserait la dilution de la solution occluse. En conséquence, si la solution ne reste pas occluse dans le produit, le rapport cyclique devrait avoir un effet exactement opposé sur les transferts de matière par rapport à ce qui est observé. Cependant, il convient de noter que le dégazage et la désorption des gaz dissous pendant la phase sous vide sont susceptibles de déstructurer la viande. L'effet de ce phénomène sur les transports de matière est peut être beaucoup plus fort que l'effet de la dilution.

Ainsi, l'intervention de ce phénomène de dilution de la solution infiltrée est probable et la dilution de la solution infiltrée s'opère très rapidement. Ce phénomène n'explique pas à lui seul les différences obtenues entre les transferts en immersion sous vide pulsé et en immersion à pression atmosphérique. Néanmoins, il intervient très probablement en cours d'immersion sous vide pulsé.

Cependant, les essais réalisés en immersion sous vide pulsé sans phases stationnaires ayant conduit à des transferts de matière intermédiaires entre ceux obtenus en immersion sous vide pulsé lente et ceux observés en immersion à pression atmosphérique¹⁰⁴, il apparaît que la mise en œuvre de phases stationnaires sous vide et/ou à pression

¹⁰³ Cf. figures II.37-II.38

¹⁰⁴ Cf. tableau II.13

atmosphérique joue un rôle important dans les mécanismes de transport. D'une part, pour une durée d'une heure, 5 cycles de 12 minutes sont mis en jeu en immersion sous vide pulsé lente contre 28 en immersion sous vide pulsé sans phases stationnaires. D'autre part, le nombre de cycles a un effet favorable sur les mécanismes d'immersion sous vide pulsé. C'est pourquoi, on aurait pu s'attendre à une nette augmentation des transports en immersion sous vide pulsé sans phases stationnaires, allant dans le sens d'une augmentation du gain en sel et d'une diminution de la perte en eau. Un tel résultat eut conforté l'hypothèse selon laquelle les différences de transferts de matière observés en immersion sous vide pulsé ne sont attribuables qu'à un phénomène d'infiltration progressive d'une quantité de solution, quantité d'autant plus forte que le nombre de cycles est plus élevé.

L'ensemble de ces observations conduit à considérer que les modifications des transports de matière en immersion sous vide pulsé mettent en jeu l'infiltration et le maintien de la solution infiltrée dans le produit. Néanmoins, ce seul phénomène n'expliquant pas à lui seul l'ensemble du corpus expérimental, la mise en jeu de phénomènes diffusifs entre la surface interne du produit et la solution occluse est probable. Cependant, les travaux réalisés ne permettent pas encore de chiffrer précisément les contributions respectives de ces deux phénomènes.

III.2.5. Proposition d'un modèle de représentation

Le tableau III.2 regroupe l'ensemble des variables de contrôles et paramètres intrinsèques au produit recensés comme intervenant dans le procédé d'immersion sous vide pulsé ainsi que les mécanismes et contributions proposés. La figure III.6 regroupe le modèle de représentation que nous proposons afin d'expliquer les phénomènes observés en immersion sous vide pulsé ainsi que les mécanismes qui les conditionnent. Tout d'abord, le produit est immergé dans la solution en début de traitement (étape 0). Puis, la mise sous vide du premier cycle d'immersion sous vide pulsé diminue la pression externe et conduit à une expansion des gaz des pores et à une désorption des gaz dissous et ainsi à la formation d'une phase gazeuse (étape 1). Ces gaz quittent les pores de la viande tant que la pression intérieure n'est pas égale à la pression extérieure. Il est probable que, d'un cycle à l'autre, les gradients de pression appliqués au niveau des pores induisent une déstructuration progressive de la viande et un accroissement du volume disponible des pores (étape 2), voire la formation de nouveaux pores fonctionnels (alternative 1). L'agitation entretenue par un dégazage modéré est susceptible de favoriser les transferts de matière externes par diffusion. Cependant, il est possible que les perturbations occasionnées par un très fort dégazage, en particulier en conditions d'ébullition, limitent le contact entre la surface du produit et la solution, ce qui aurait au contraire pour conséquence une diminution des échanges externes diffusifs. Lorsque la pression atmosphérique est rétablie, les gaz des pores sont comprimés sous l'action de la pression externe jusqu'à ce que les pressions internes et externes soient équilibrées. Du fait de la compression des gaz résiduels présents dans les pores, un volume de solution s'infiltré dans les pores (étape 3). Néanmoins, cette infiltration est conditionnée par la taille des pores sous vide et le comportement rhéologique de la matrice viande, qui peut induire des phénomènes de *collapse* sur des pores de petite taille (alternative 2). Pendant la phase de maintien de la pression atmosphérique, des transferts diffusifs d'eau et de sel se produisent entre la solution infiltrée et la surface des pores du produit. Tout d'abord, la solution infiltrée étant concentrée, le sel de la solution diffuse dans la viande alors que l'eau du produit diffuse vers la solution (étape 3). La conséquence de ces transferts diffusifs internes est une dilution très rapide de la solution infiltrée. Cette dilution induit une modification progressive des transferts de matière

entre la solution infiltrée et la surface des pores du produit. Dans ces conditions, les transferts diffusifs de sel et d'eau diminuent. Lorsque la concentration critique de 184 g de sel par kg de solution infiltrée est franchie, le flux d'eau s'inverse. Macroscopiquement, on peut considérer que les tissus internes de la viande gagnent à la fois de l'eau et du sel (étape 4). Enfin, lorsque le cycle suivant commence, la mise sous vide se traduit par une nouvelle expansion des gaz résiduels des pores, ce qui a pour conséquence l'expulsion de la solution infiltrée (étape 1). Pendant tout le déroulement de ces phénomènes, les transferts diffusifs entre la surface externe du produit et la solution se sont déroulés comme en immersion à pression atmosphérique. Lorsque le procédé est interrompu en phase 4 du n -ième cycle, le produit retient tout ou partie de la solution infiltrée.

S'il est encore un peu tôt pour proposer un modèle pertinent permettant de décrire ces phénomènes, l'immersion sous vide pulsé peut déjà être assimilée à la somme de trois mécanismes :

- Diffusion entre la solution externe et la surface externe du produit
- Infiltration d'un volume de solution dans la structure de la viande
- Diffusion en conditions de concentration décroissante entre la solution infiltrée et la surface interne des pores du produit.

La diffusion externe, dont la force motrice est la différence de concentration, représente 44 % du gain en sel. L'infiltration, dont la force motrice est la différence de pression, représente 37 % du gain en sel. Enfin, la diffusion interne, qui associe la différence de pression à la différence de concentration comme force motrices, représente 19 % du gain en sel.

Ces résultats confirment le principe d'infiltration d'un volume de solution du modèle proposé par Fito (1994)¹⁰⁵. Cependant, le modèle de Fito (1994) a été validé dans le cas du traitement de produits végétaux à forte porosité et pour des cycles vide-pression atmosphérique assez lents. Cette étude étend le modèle d'infiltration de Fito à des produits animaux peu poreux et dans le cas de cycles courts. Enfin, les résultats de ce travail ont conduit à proposer d'ajouter un nouveau mécanisme au modèle, en identifiant la dilution de la solution infiltrée comme facteur influençant les transports de matière en immersion sous vide pulsé.

Certaines questions n'ont pas été résolues. Nos connaissances sur certains aspects de l'immersion sous vide pulsé sont encore assez minces. C'est le cas en particulier de la structure et du comportement mécanique des pores, de l'évolution de la porosité au cours des cycles, des voies d'infiltration de la solution, du comportement des bulles de gaz dans la structure et de leur effet sur les zones de faiblesse du muscle et des contributions des phénomènes d'infiltration et de dilution de la solution infiltrée.

¹⁰⁵ Cf. figure I.7

Tableau III.2. Les variables de commande du procédé d'immersion sous vide pulsé, leurs effets sur les transferts de matière et les mécanismes proposés pour expliquer leur action

Variables et paramètres non contrôlés	Description de l'effet sur les transports de matière et mécanisme proposé	Contribution
<i>Variables de commande</i>		
Pression résiduelle	Dégazage des pores Déstructuration de la viande	Entre 100 et 20 kPa, le volume de solution retenu par la viande augmente de 184 %
Température	Augmente GSt	+ 78 % en IVP contre + 38 % en IPA
Vide continu	Pas d'effet	Pas d'effet
Nombre de cycles	Renouvellement de la solution infiltrée Déstructuration de la viande Augmentation progressive de la porosité	Le premier cycle explique 70 % de PE mais seulement 18 % de GSt
Rapport cyclique ($\frac{t_1}{t_3}$)	Contrôle de l'effet du vide (déstructuration) Contrôle de la durée de la phase de mise en contact de la solution infiltrée avec la surface interne des pores	Diminution de PE et augmentation de GSt pouvant aller jusqu'à respectivement 85 % et 40 %
Maintien des phases stationnaires	Mise en contact de la solution infiltrée avec la surface interne des pores	Peuvent expliquer respectivement 75 % et 40 % des variations de GSt et PE
Rampes (t_0 et t_2)	Contrôle de l'effet du vide (déstructuration)	Peuvent multiplier par 5 la profondeur d'infiltration, par 12 l'effet de l'IVP sur GSt et diminuer de 70 % l'effet de l'IVP sur PE
Ebullition	Déstructuration poussée de la viande Perturbations de la diffusion entre la solution et la surface externe du produit	Peut augmenter de 39 % la profondeur d'infiltration, diminuer de 65 % l'effet de l'IVP sur GSt et diminuer de 28 % l'effet de l'IVP sur PE

Paramètres non contrôlés	Description de l'effet sur les transports de matière et mécanisme proposé	Contribution
<i>Paramètres intrinsèques au produit</i>		
Présence d'épimysium sur une face	Barrière physique limitant l'infiltration	Diminue de 50 % et de 75 % l'effet de l'IVP sur PE et sur GST
Taille des pores	Influence l'infiltration de la solution (collapse des pores trop petits) Influence les phénomènes de dilution de la solution infiltrée	Pas d'effet de l'IVP sur une structure non poreuse Pas de pénétration de la solution dans des pores non évacués de petite taille
Quantité de gaz	Influence faible de l'ensemble des gaz Seule le <i>pool</i> de gaz résiduel de la viande joue le rôle moteur essentiel, en autorisant par son expansion et sa compression l'expulsion et l'infiltration de la solution infiltrée	Pas d'effet d'un dégazage partiel sur l'IVP
<i>Effet maximum de l'IVP sur les transferts de matière</i>		
Sur le rendement massique		108 % d'IPA
Sur le gain en sel		229 % d'IPA
Sur la perte en eau		76 % d'IPA
<i>Principaux phénomènes en IVPI (estimations basées sur la base des essais comparatifs entre IVPsps, IVPI et IPA) contribuant au gain en sel</i>		
Diffusion externe		44 %
Infiltration		37 %
Diffusion interne		19 %

Immersion initiale

Phase sous vide

Discussion

Phase à pression atmosphérique

Pression atmosphérique

Pression sous vide

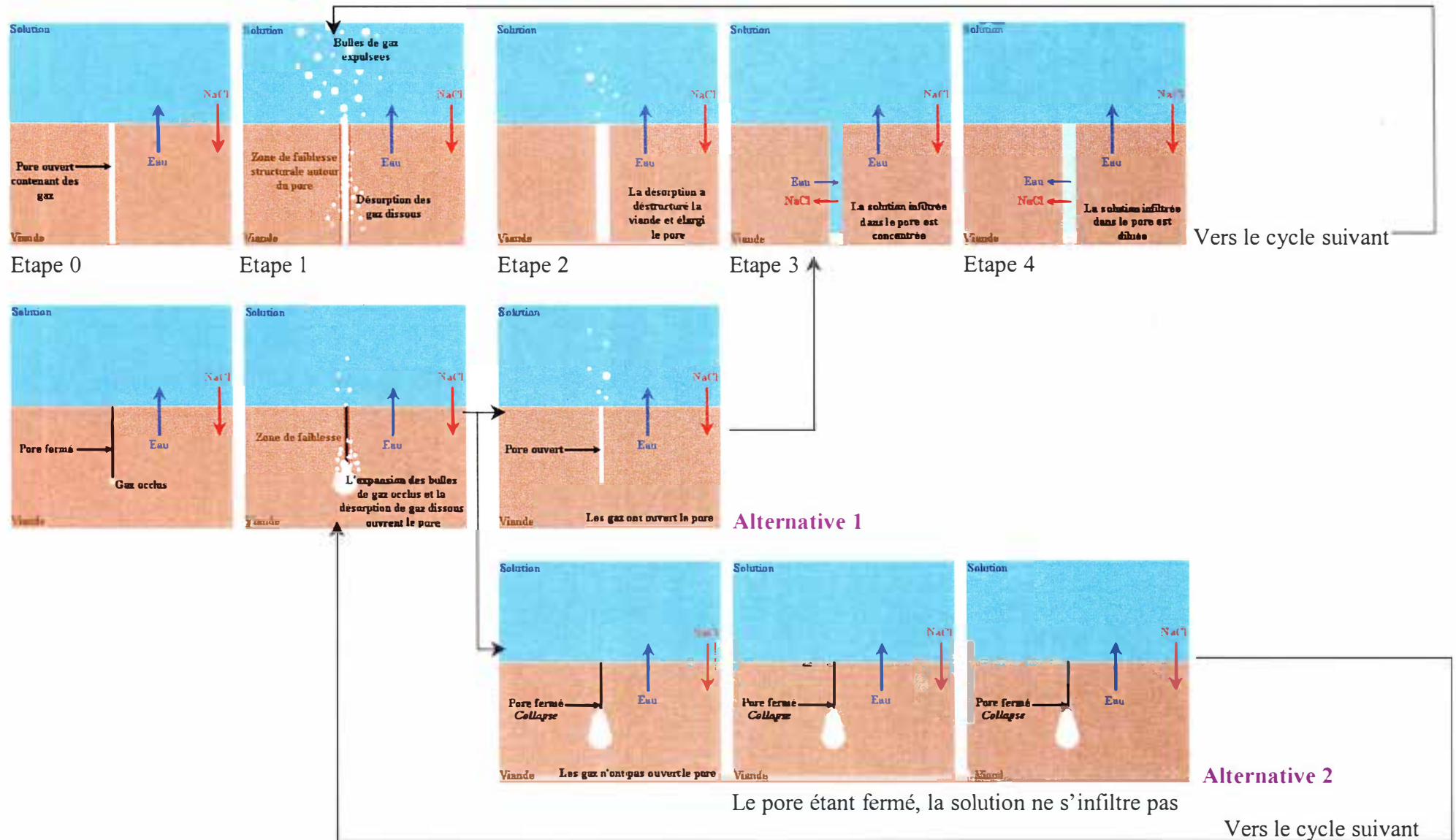


Figure III.6. Modèle de représentation des mécanismes impliqués dans le procédé d'immersion sous vide pulsé

III.3. Domaines d'application et limites des procédés de déshydratation-imprégnation par immersion en solution ternaire à pression atmosphérique et d'immersion sous vide pulsé

III.3.1. Les limites physiques du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion pour le salage et le séchage simultanés de produits carnés

Le procédé de déshydratation-imprégnation par immersion à basse température et en solutions ternaires (eau, sel, sirop de glucose de DE21) permet d'induire une forte déshydratation lorsque la concentration en solutés est élevée. Il autorise également un salage relativement contrôlé du produit. Aussi, peut-il constituer une alternative intéressante aux traitements actuels de salage-séchage de produits carnés. Le domaine physique des applications potentielles du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion est représenté sur la figure III.7¹⁰⁶, qui croise les teneurs en sel et en eau finales de produits de salaison typiques, en y superposant les teneurs en sel et en eau finales qui peuvent être obtenues par déshydratation-imprégnation par immersion sur de la viande de dinde. Les conditions opératoires (activité de l'eau des solutions et temps de traitement minimum) figurent également sur ce schéma, ainsi que les potentialités du procédé d'immersion sous vide pulsé.

Dans l'optique d'une maîtrise technologique du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion, notre analyse permet de dégager deux idées concernant l'utilisation des solutions mixtes.

- La première concerne les opérations de concentration du produit, où se trouve recherchée une forte déshydratation avec limitation maximale de l'entrée de soluté. Dans ce cas, le meilleur compromis serait obtenu en immergeant le produit dans une solution composée exclusivement de solutés de forte masse molaire (ici, le sirop de glucose) et de concentration élevée.
- La seconde fait référence au contrôle possible de l'entrée du soluté de formulation. En jouant sur les concentrations, on peut réaliser une incorporation contrôlée du soluté de faible masse molaire (ici, le sel) à finalités fonctionnelles et/ou organoleptiques.

¹⁰⁶ Cette figure a été réalisée en déterminant, sur l'ensemble du domaine de concentrations du plan d'expériences, les A_w , pertes en eau et gains en sel correspondant. Les transferts ont été traduits en composition finale en eau et en sel des produits transformés. Chaque point du domaine pouvant être obtenu par différentes conditions expérimentales, on a optimisé ces points en sélectionnant la solution de plus faible A_w et le temps de traitement le plus bref permettant d'aboutir au couple (teneur en eau, teneur en sel) donné. Les flèches DII et IVP ne figurent qu'à titre illustratif pour donner l'orientation générale de ces deux procédés en termes de produits finis.

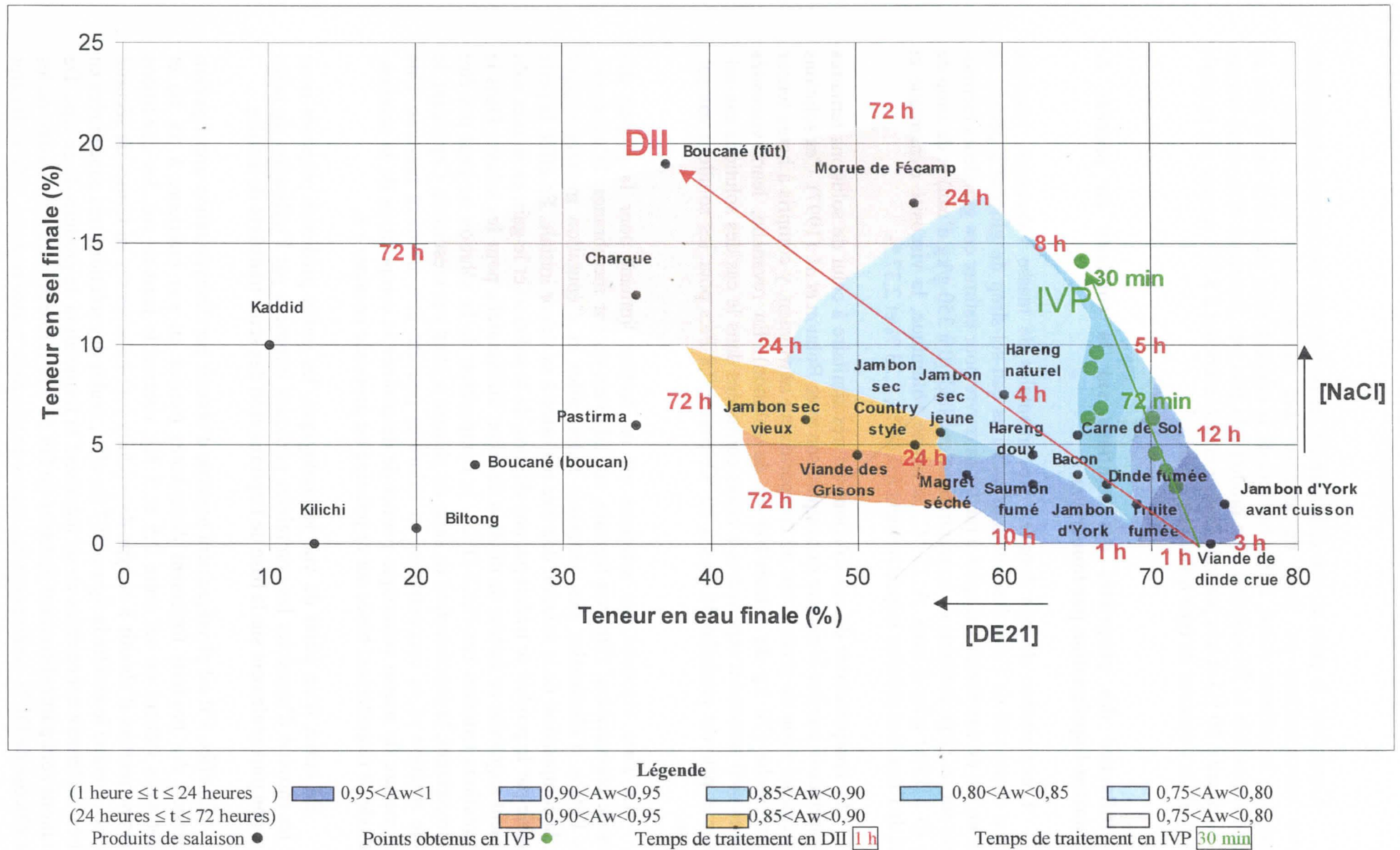


Figure III.7. Domaine d'application et limites physiques des procédés de DII et d'IVP appliqués à des filets de viande de dinde de 2 cm d'épaisseur à 10 °C

Cependant, la perte en eau et le gain en sel ne sont pas totalement indépendants. De fortes concentrations en sirop de glucose sont indispensables pour induire une déshydratation importante. Ainsi, l'effet barrière de la concentration en sucres sur le gain en sel rend-il impossible la formulation d'un produit à la fois très fortement déshydraté (teneur en eau inférieure à 30 %) et très peu salé (teneur en sel inférieure à 5 %), comme par exemple certains produits tropicaux de type *Kilichi* ou *Biltong*.

III.3.2. Influence des propriétés des solutions sur la conduite du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion

L'exploitation de nos données expérimentales de masse volumique, viscosité dynamique et activité de l'eau des solutions ternaires eau-sel-sirop de glucose a permis de proposer un jeu de corrélations simples à mettre en œuvre pour estimer ces grandeurs thermophysiques sur un large domaine de concentrations en NaCl (0 à 350 g/kg d'eau) et de sirop de glucose (0 à 1900 g/kg d'eau). A 25 °C, la masse volumique, la viscosité dynamique et l'activité de l'eau sont prédites respectivement à 0,47 %, 1,73 % et 2,37 %.

Le comportement de ces solutions est très similaire à celui de solutions ternaires eau-sel-saccharose comme le montre sa comparaison avec Bohuon *et al.* (1997). Ces solutions ternaires eau-sel-sirop de glucose ont un comportement newtonien, y compris à haute teneur en matière sèche (70 kg de solutés/100 kg de solution). En revanche, leurs viscosités dynamiques sont nettement supérieures à celles constatées dans le cas des solutions eau-sel-saccharose et peuvent atteindre 36 Pa.s à 10 °C, contre 0,8 Pa.s pour les solutions eau-sel-saccharose.

La forte viscosité des solutions est un facteur limitant pour la plupart des méthodes de régénération, filtration frontale, sur adjuvant ou sur membranes. D'autre part, une fois l'étape d'élimination des composés indésirables et d'épuration microbiologique réalisée, la composition de la solution doit être réajustée à sa valeur initiale. En effet, la perte en eau subie par le produit se traduit par une dilution de la solution et le gain en solutés subi par l'aliment augmente ce facteur de dilution de façon différentielle pour les solutés. Dans le cas des solutions ternaires eau-NaCl-DE21, la composition de la solution ne peut pas être déduite directement, la concentration en sirop de glucose n'étant pas mesurable. Cependant, le volume de solution et sa concentration en chlorures peuvent être aisément mesurés. Une troisième mesure de masse volumique permet de déterminer la composition de la solution. Une méthode de réajustement basée sur ce principe est proposée en annexe 8.

En outre, d'un point de vue technologique, les outils prédictifs proposés nous donnent les moyens d'apprécier les contraintes pratiques imposées par l'utilisation de telles solutions, non plus seulement sur la base de l'optimisation des seuls transferts de matière.

En effet, s'il est physiquement possible d'obtenir par déshydratation-imprégnation par immersion des produits fortement déshydratés (teneur en eau inférieure à 55 %) et légèrement salés (teneur en sel entre 2,5 et 5 %), comme le jambon sec, les conditions opératoires permettant d'aboutir à ce type de produits sont hasardeuses en termes de sécurité des aliments, comme le montre la figure III.7. En effet, seules des solutions très concentrées en sirop et très faiblement concentrées en sel autorisent la formulation de produits de ce type. De telles solutions sont particulièrement instables du fait de leur faible A_w , dans la mesure où les sirops de glucose de DE21 contiennent des sucres de très forte masse molaire. Afin d'illustrer

ces propos, le tableau III.3 présente les propriétés des différentes solutions optimisées afin de contretyper les produits du commerce choisis pour la validation du plan d'expériences. La masse molaire la plus représentative des sucres entrant dans la composition de ces sirops est égale à 1007 g/mol. La molalité en sucres des solutions est donc relativement faible devant celles des solutions ternaires de type eau-sel-saccharose. Aussi, à concentrations égales, l'activité de l'eau des solutions eau-sel-sirop de glucose est-elle plus élevée que l'activité de l'eau des solutions eau-sel-saccharose¹⁰⁷. C'est pourquoi, une forte concentration en sel dans les solutions eau-sel-sirop de glucose est indispensable pour éviter la prolifération des micro-organismes. D'autre part, des temps de séjour élevés dans ces solutions sont indispensables à la conduite du procédé, ce qui augmente encore plus le risque microbiologique (pathogènes et germes d'altération). En effet, de par leur richesse en sucres, ces solutions restent hautement fermentescibles.

Tableau III.3. Activités de l'eau, masses volumiques et viscosités dynamiques estimées à 10°C pour les solutions permettant de contretyper les produits du commerce choisis pour la validation du plan

Produit	Conditions opératoires de DII			Aw	ρ (kg/m ³)	η (mPa.s)
	C _{st}	C _{su}	Durée			
Filet fumé	119	766	2h02	0,920	1248	60
Bacon	304	1026	1h22	0,800	1338	292
Magret	59	1900	24h	0,910	1329	6485
Jambon sec	56	1751	67h25	0,918	1319	3462

L'identification de ces contraintes technologiques conduit à proposer des conditions sur les solutions mises en œuvre en déshydratation-imprégnation par immersion. La figure III.8 représente les activités de l'eau et la viscosité dynamique relative de l'ensemble des solutions ternaires eau-sel-sirop de glucose étudiées. Sur l'ensemble de ces solutions, seules celles qui présentent à la fois une activité de l'eau inférieure ou égale à 0,85 et une viscosité dynamique inférieure à 410 mPa.s peuvent être considérées comme «rationnellement» utilisables en déshydratation-imprégnation par immersion, malgré le caractère subjectif de cette définition.

Dès lors, il est possible de redéfinir le domaine rationnel d'application du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion, en tenant compte des contraintes physiques liées au procédé et des contraintes technologiques d'activité de l'eau et de viscosité des solutions utilisées. La figure III.9 reprend les résultats de la figure III.7 et tient compte également des contraintes technologiques pour redéfinir le domaine d'application de la déshydratation-imprégnation par immersion. Dans ces conditions, l'intérêt de l'immersion sous vide pulsé comme procédé de formulation ressort encore plus.

¹⁰⁷ En solution ternaire [NaCl]=350 g/kg et [Sucre]=1700 g/kg, la molalité en sucre et l'Aw varient respectivement de 1,69 à 5 et de 0,761 à 0,704, selon que le sucre est un sirop de glucose de DE21 ou du saccharose.

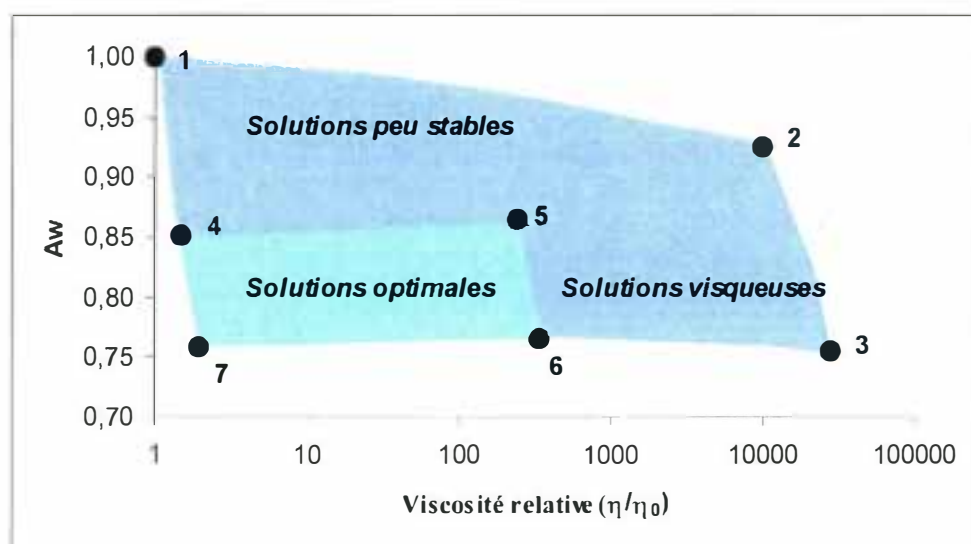


Figure III.8. Typologie des solutions pour une conduite rationnelle du procédé de DII

Légende des points 1 à 7 :

- (1) [NaCl] = 0 g/kg et [DE21] = 0 g/kg
- (2) [NaCl] = 0 g/kg et [DE21] = 1900 g/kg
- (3) [NaCl] = 350 g/kg et [DE21] = 1900 g/kg
- (4) [NaCl] = 235 g/kg et [DE21] = 0 g/kg
- (5) [NaCl] = 205 g/kg et [DE21] = 1000 g/kg
- (6) [NaCl] = 350 g/kg et [DE21] = 1000 g/kg
- (7) [NaCl] = 350 g/kg et [DE21] = 0 g/kg

Enfin, il convient de proposer quelques idées pour étendre le domaine d'application rationnelle de la déshydratation-imprégnation par immersion. La principale contrainte est liée au fait que la solution concentrée ternaire doit :

- être la moins visqueuse possible,
- présenter le plus faible pouvoir sucrant possible,
- conserver un bon potentiel de déshydratation,
- développer un effet barrière sur l'imprégnation en sel,
- présenter une faible activité de l'eau

Or, ces contraintes sont relativement contradictoires entre elles. En effet, à concentration massique égale, l'utilisation d'un sucre de faible masse molaire tend à diminuer la viscosité et l'activité de l'eau, mais à augmenter le pouvoir sucrant et à diminuer le potentiel de déshydratation, par rapport à des solutions formulées à l'aide de sucres de masse molaire plus importante. Cependant, les pouvoirs sucrants du maltose et du DE21 sont respectivement 2,3 et 4,5 fois plus faibles que celui du glucose (Dziedzic et Kearsley, 1984). Afin de formuler la solution ternaire la plus adaptée, on peut doré et déjà imaginer que l'utilisation d'un sucre de type malto-triose ou G_4 a de bonnes chances de constituer le meilleur compromis. En prenant le problème différemment, un sirop de glucose débarrassé des sucres de faible masse molaire⁴ constituerait également une alternative intéressante.

⁴ Les technologies membranaires permettraient de réaliser cette séparation.

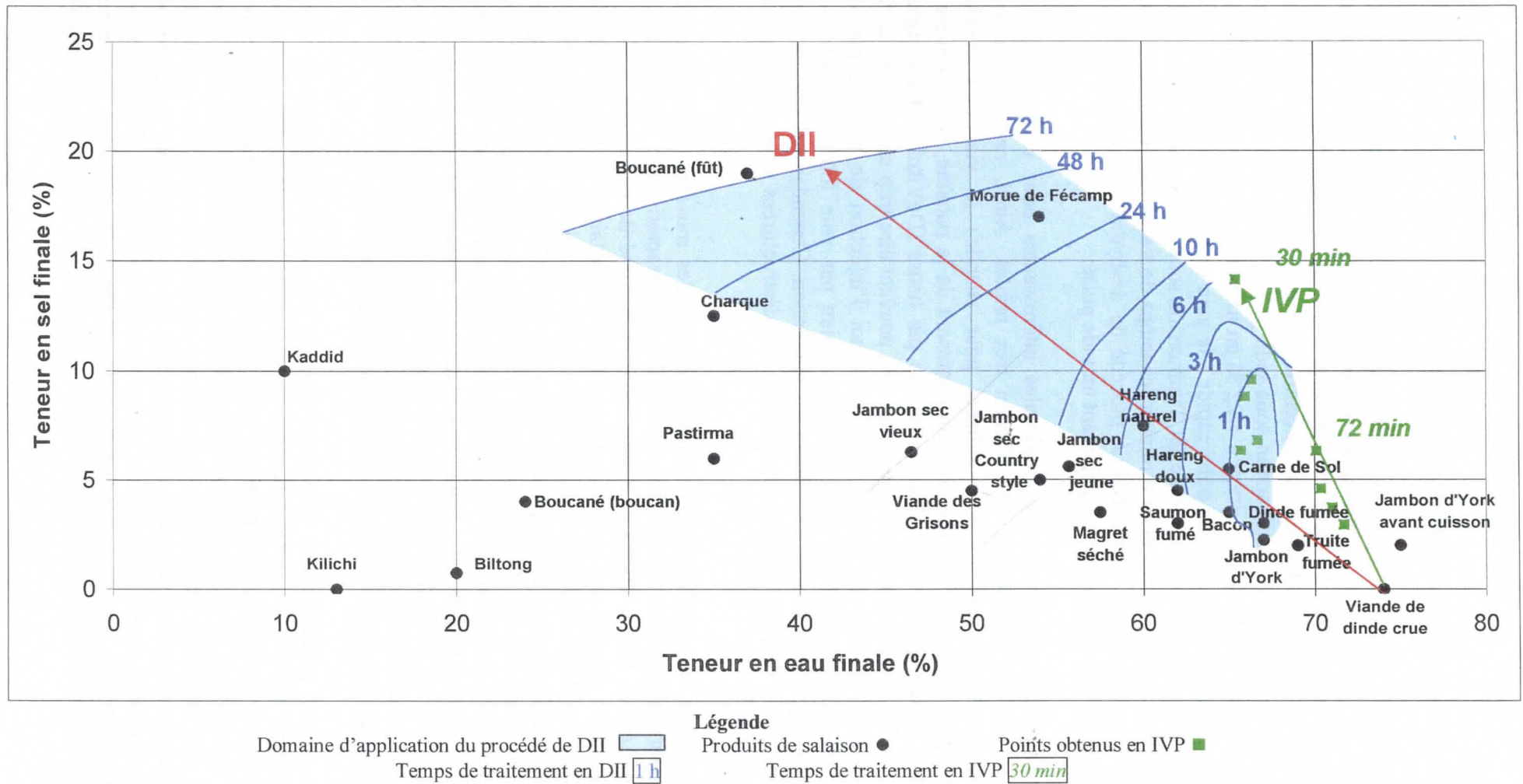


Figure III.9. Domaine d'application et limites technologiques et physiques des procédés de DII et d'IVP appliqués à des filets de viande de dinde de 2 cm d'épaisseur à 10 °C

III.3.3. Intérêts du procédé d'immersion sous vide pulsé

Comme le montre la figure III.9 l'utilisation du vide pulsé permet d'élargir les possibilités de la déshydratation-imprégnation par immersion. En effet, à pression atmosphérique, l'obtention d'un fort gain en solutés et d'une faible perte en eau implique la mise en œuvre de solutions très faiblement concentrées, ce qui pose d'importants problèmes microbiologiques. L'utilisation de l'immersion sous vide pulsé permet de limiter la perte en eau tout en augmentant notablement – jusqu'à + 22 % en immersion sous vide pulsé lente et jusqu'à + 90 % en immersion sous vide pulsé rapide - le gain en solutés de produits, tout en diminuant les risques microbiologiques. En effet, l'immersion sous vide pulsé permet d'utiliser des solutions fortement concentrées et de diminuer les temps de traitement, comme le montre la figure III.9. Une des limites identifiées du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion peut ainsi être contournée en appliquant un vide pulsé.

D'autre part, de nombreuses molécules intéressantes pour la formulation de produits carnés ont des coefficients de diffusion très faibles. Ainsi, certaines enzymes protéolytiques, comme la papaïne, sont utilisées pour attendrir la viande. Cependant, lorsqu'un muscle est immergé dans une solution contenant de la papaïne, cette dernière ne pénètre que très lentement, à moins d'un millimètre par heure (DeVitre & Cunningham, 1985), ce qui conduit à des produits très peu uniformes, pouvant être trop attendris en surface et trop durs à cœur (Fry *et al.*, 1966). C'est pourquoi l'injection de papaïne par voie intraveineuse *ante-mortem* (Haleem *et al.*, 1970) ou bien par voie intramusculaire *post-mortem* (Prusa *et al.*, 1981) se sont substituées à l'immersion. Cependant, il semble que la papaïne soit incapable de pénétrer dans les cellules non déstructurées dans des conditions physiologiques (Brooks *et al.*, 1985).

De même, de nombreuses enzymes endogènes des muscles, protéolytiques et lipolytiques, interviennent dans la formation de la flaveur caractéristique des produits de salaison (Toldra *et al.*, 1997 ; Toldra et Flores, 1998). L'activité de ces enzymes dans les produits de salaison dépend en particulier des agents de salaison utilisés et de leur concentration (annexe 10). L'adjonction d'enzymes exogènes dans la mûlée avant embossage des produits de type saucisson a été proposée (Naes *et al.*, 1995 ; Diaz *et al.*, 1996 ; Zapelena *et al.*, 1997 ; Ansorena *et al.*, 1998, Zapelena *et al.*, 1998) et appliquée industriellement (Zalacain *et al.*, 1997), dans la mesure où cette addition d'enzymes accélère notablement la maturation des produits. Dans de telles conditions, le temps de maturation peut être divisé par deux (Beate *et al.*, 1996). Si l'addition de ces enzymes dans la mûlée utilisée dans le procédé de fabrication des saucissons ne pose aucun problème, leur utilisation comme accélérateur de maturation dans le cas de pièces de viandes entières pose plus de problèmes.

La même problématique intervient dans le cas de l'adjonction de micro-organismes de type *starters* de fermentation ou de maturation. En effet, dans le cas des saucissons, les bactéries utilisées ont plusieurs rôles, certaines souches étant utilisées pour leur activité fermentaire et d'autres étant ajoutées pour leur action sur la flaveur. L'inoculation par injection de *starters* microbiens, comme *Lactobacillus plantarum*, *Pediococcus cerevisiae* ou *Staphylococcus epidermis* dans des pièces de porc a été proposée pour améliorer la qualité organoleptiques des jambons secs ainsi fabriqués (Bartholomew et Blumer, 1980). De même, Leroi *et al.* (1996) proposent d'inoculer des filets de saumons fumés avec des bactéries lactiques, afin d'améliorer la flaveur des produits et d'augmenter leur durée de vie.

Il existe également des mélanges complexes de molécules, utilisés en formulation de produits carnés et présentant un large spectre de masses molaires. Les coefficients de diffusion de ces constituants peuvent être très différents. Aussi, après diffusion, toutes les molécules du mélange n'auront-elle pas diffusé de façon identique dans le produit. C'est le cas en particulier de la fumée (Gilbert et Knowles, 1975) et des arômes liquides naturels de fumée (Guillen et Ibargoita, 1996), des jus de fruits ou du vinaigre utilisés en marinage, et plus généralement des mélanges d'épices.

Dans l'ensemble de ces cas pour lesquels la formulation est limitée par la lenteur ou l'absence des phénomènes diffusifs et/ou par la complexité des mélanges de molécules mises en jeu, l'immersion sous vide pulsé peut offrir une alternative aux procédés traditionnels, en autorisant une formulation rapide et directe à cœur des aliments. Le procédé d'immersion sous vide pulsé est un outil intéressant dans la Conception Assistée des Aliments et peut trouver de nombreuses applications dans la formulation complexe de produits nouveaux, comme les « alicaments », ou dans la mise au point de méthodes alternatives. Ainsi, la formulation de morceaux de viande à l'aide d'une saumure de salaison, enrichie en protéines à fort pouvoir coagulant, pourrait éviter le malaxage destructurant des morceaux, en leur conférant une bonne capacité de coagulation thermique, indispensable à la fabrication de jambons restructurés.

Enfin, l'immersion sous vide pulsé de viande dans une solution ternaire concentrée eau-sel-sirop de glucose pourrait avoir pour conséquence une augmentation de la vitesse de déshydratation du produit, sous réserve que l'infiltration d'une solution plus visqueuse dans les pores de la viande reste possible. En optimisant alors le procédé de façon à favoriser les échanges internes, sans laisser le temps à une trop forte dilution de la solution infiltrée de se produire, la déshydratation pourrait être accélérée par augmentation de la surface d'échanges entre la viande et la solution et par infiltration d'un volume de solution présentant une forte teneur en matière sèche.

III.3.4. Le séquençage des opérations pour développer les potentialités de la déshydratation-imprégnation par immersion et de l'immersion sous vide pulsé

On a montré que l'immersion sous vide pulsé permettait d'induire très rapidement des transferts de matière difficiles, voire impossibles à obtenir en déshydratation-imprégnation par immersion, et en mettant en jeu de solutions stables. Néanmoins, l'obtention de produits très déshydratés et très peu salés, de type *Kilichi* ou *Biltong*, reste impossible en une seule opération de déshydratation-imprégnation par immersion ou d'immersion sous vide pulsé. C'est pourquoi, le séquençage d'opérations de déshydratation-imprégnation par immersion et d'immersion sous vide pulsé est une solution possible pour contourner cette difficulté. La mise en œuvre successive d'opérations de déshydratation-imprégnation par immersion ou d'immersion sous vide pulsé de durées variables et dans des solutions de composition et de concentrations variables permettrait de couvrir une gamme de situations plus large pour formuler les produits plus souples et plus efficacement. D'autre part, la mise en œuvre d'un tel séquençage est éventuellement susceptible de diminuer les temps de fabrication de produits formulables en une seule opération.

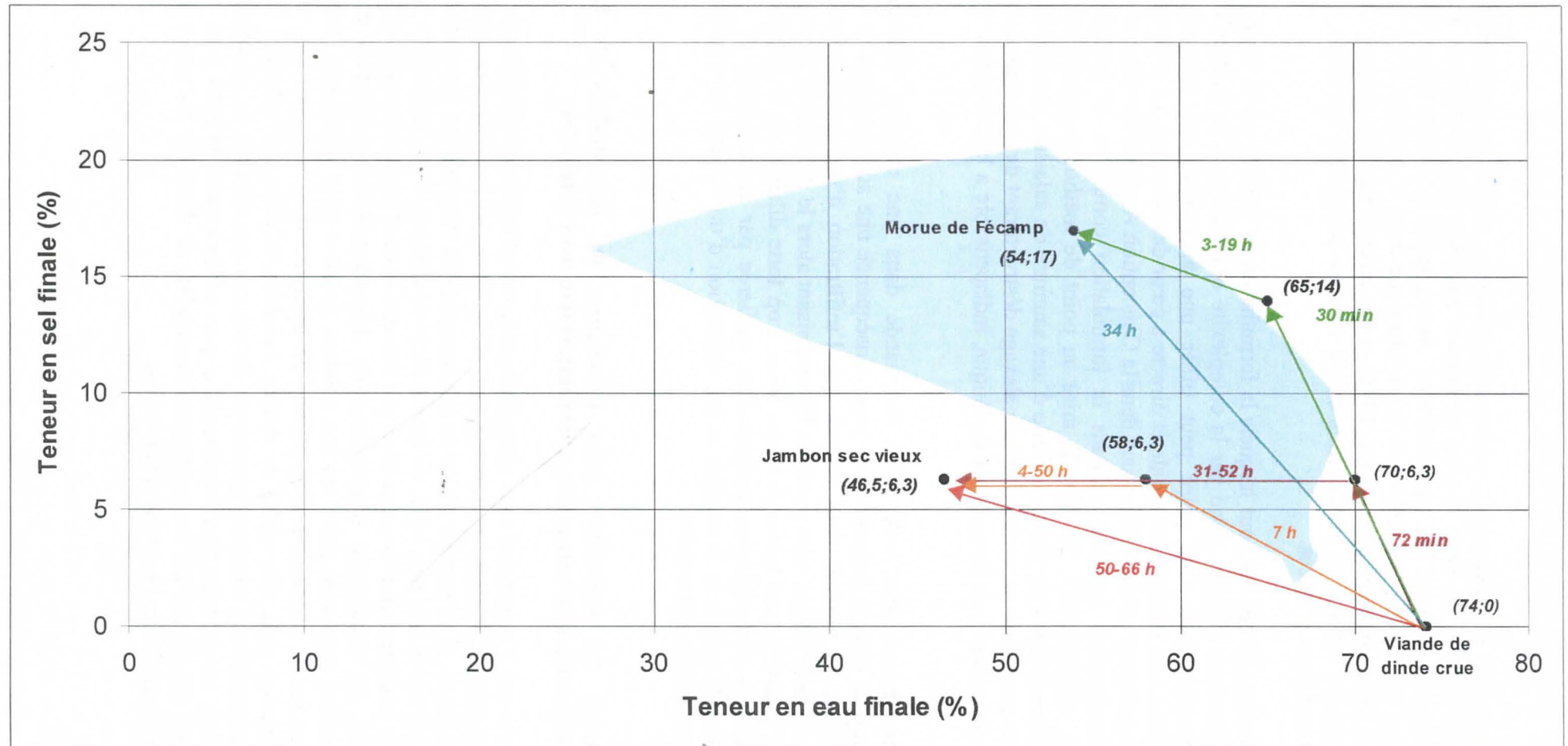


Figure III.10. Obtention de deux produits typiques (morue de Fécamp et jambon sec vieux) par une seule opération de DII et par deux opérations de DII ou d'IVP séquencées, à partir de filets de viande de dinde de 2 cm d'épaisseur et à 10 °C

Ce séquençage revient à mettre en œuvre une étape de formulation, par déshydratation-imprégnation par immersion ou immersion sous vide pulsé et une étape de déshydratation. L'ordre de ces étapes joue un rôle important. En effet, si l'étape d'imprégnation est réalisée en premier, par déshydratation-imprégnation par immersion ou par immersion sous vide pulsé, un phénomène de relargage partiel du soluté d'imprégnation dans la solution de déshydratation mise en jeu lors de la seconde immersion. Ce relargage aurait pour conséquence de diminuer le gain en soluté du produit et d'augmenter la concentration en soluté de la solution. Ce problème peut être contourné en optimisant la concentration de la solution de déshydratation en soluté d'imprégnation, afin de limiter au maximum ce relargage (Saurel, 1993).

D'autre part, si l'étape d'imprégnation intervient après l'étape de déshydratation, les performances d'imprégnation de la seconde opération seront moins bonnes, du fait de la diminution de la surface d'échange liée à la rétraction du produit et de la formation durable de la « membrane dense » à l'interface interne entre le produit et la solution pendant la première phase de déshydratation (Saurel, 1993).

Afin d'illustrer cette hypothèse, la figure III.10 montre qu'on peut atteindre à partir de viande de dinde un produit présentant la composition de la morue de Fécamp en appliquant une déshydratation-imprégnation par immersion de 34 heures. Le calcul montre que la solution concentrée optimale contient 350 g/kg de NaCl et 30 g/kg de DE21. Une telle solution appartient au domaine des solutions optimales. Néanmoins, il est possible de séquencer l'opération en une immersion sous vide pulsé d'une demi-heure en solution saturée en sel, suivie d'une déshydratation-imprégnation par immersion en solution ternaire. L'opération d'immersion sous vide pulsé permet d'atteindre rapidement une forte teneur en sel et l'opération de déshydratation-imprégnation par immersion poursuit la déshydratation, tout en maintenant un transfert de sel très léger. Nous ne disposons pas de modèle permettant de prédire quel sera le comportement d'une viande pré-salée et légèrement déshydratée dans une solution ternaire. Cependant, en partant de la viande de dinde fraîche comme produit initial, la teneur en eau finale de la morue de Fécamp peut être atteinte en 19 heures dans une solution contenant 250 g/kg de NaCl et 1000 g/kg de sirop de glucose. Notons que les deux solutions mises en jeu appartiennent également au domaine des solutions optimales. En émettant l'hypothèse (peu probable) selon laquelle la viande pré-traitée se comporterait comme la viande fraîche, cette teneur en eau finale peut être atteinte en 3 heures. Cette estimation grossière nous permet néanmoins d'encadrer le véritable temps de traitement de la seconde opération. Aussi, si 34 heures de traitement par déshydratation-imprégnation par immersion sont nécessaires à la formulation de morue de Fécamp, le même produit peut être atteint beaucoup plus rapidement en séquençant immersion sous vide pulsé et déshydratation-imprégnation par immersion (3h30 à 19h30).

De même, l'obtention en une seule opération de déshydratation-imprégnation par immersion d'un produit de type jambon sec vieux (figure III.10) n'est possible qu'en 50 à 66 heures, en mettant en jeu des solutions présentant une forte activité de l'eau (0,88 à 0,91). Cependant, on peut réaliser tout d'abord une immersion sous vide pulsé de 72 minutes dans une solution saturée en sel, suivie d'une déshydratation-imprégnation par immersion de 31 à 52 heures, en suivant le même raisonnement que pour la morue de Fécamp. L'activité de l'eau de la solution utilisée pour l'opération complémentaire de déshydratation-imprégnation par immersion reste néanmoins relativement élevée (0,87 à 0,88). On peut également envisager de séquencer deux déshydratation-imprégnation par immersion dans des solutions ternaires. La première opération permet d'atteindre en 7 heures la teneur en sel du jambon sec et la plus

faible teneur en eau possible, en mettant en jeu une solution appartenant au domaine optimal. La seconde opération de déshydratation-imprégnation par immersion, d'une durée de 4 à 50 heures, consiste en une déshydratation complémentaire dans une solution présentant une concentration en sel proche de celle de la phase aqueuse du produit intermédiaire, afin d'une part de limiter le relargage de sel et d'éviter une poursuite du salage. Ainsi, le séquençage d'opérations de déshydratation-imprégnation par immersion et/ou d'immersion sous vide pulsé permettrait probablement de diminuer le temps de traitement. D'autre part, un tel séquençage présenterait l'intérêt de réaliser un pré-salage (voire une pré-déshydratation) dans une solution présentant une faible activité de l'eau (0,76 à 0,77). Si le traitement complémentaire de déshydratation est réalisé dans une solution présentant une activité de l'eau encore assez élevée (0,87 à 0,88), il convient de noter que le produit étant pré-stabilisé par la première opération, les risques bactériologiques sont probablement diminués.

On dispose malheureusement d'assez peu d'informations sur l'évolution de la flore microbienne des solutions de déshydratation-imprégnation par immersion et sur l'effet de l'immersion des produits dans des solutions concentrées. Néanmoins, Deumier *et al.* (1996-a) ont montré qu'une immersion de viande dans une solution ternaire ([NaCl] = 180 g/kg et [DE38] = 1500 g/kg) pendant 15 heures se traduisait par une légère diminution de la flore initiale, observation confirmée sur site industriel dans le cas de salage-séchage de filets de harengs dans une solution ternaire ([NaCl]=350 g/kg et [DE21]=500 g/kg) pendant 2 heures¹⁰⁹ (Deumier *et al.*, 1996-b). D'autre part, Deumier *et al.* (1996-b) ont montré que l'utilisation de la même solution ternaire ([NaCl]=350 g/kg et [DE21]=500 g/kg) en conditions industrielles de salage-séchage de filets de hareng ne présentait pas de gros problèmes microbiologiques¹¹⁰, sous réserve que la solution soit régénérée. Ainsi, 6 productions consécutives de 5 heures de traitement – soit 900 kg de harengs pour 100 kg de solution - ont été réalisées, une étape de régénération étant effectuée entre chaque production.

¹⁰⁹ Les produits ainsi obtenus présentaient une qualité microbiologique légèrement supérieure à celle des produits transformés par l'industriel à l'aide de procédés traditionnels.

¹¹⁰ Faible augmentation de la flore aérobique mésophile totale, de la charge en levures et moisissures et de la turbidité. Pas d'apparition de coliformes, ni d'anaérobies sulfito-réducteurs.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

La première partie de ce travail proposait d'évaluer les transferts de matière en Déshydratation-Imprégnation par Immersion (DII) de viande de dinde, immergée dans des solutions ternaires eau-sel-sirop de glucose, à basse température et à pression atmosphérique. Les résultats obtenus étaient en accord avec ceux obtenus dans des conditions comparables sur d'autres produits carnés. Une attention particulière a été accordée aux transferts des sucres. Parmi les sucres dont le transport dans la viande a été suivi, seul le glucose semble ne pas être transporté par diffusion. Aussi, nous avons montré que l'hypothèse d'une diffusion facilitée était envisageable. Des transporteurs membranaires de glucose, passifs et non-insulino dépendants, comme *Glut-1* et, dans une moindre mesure *Glut-4*, pourraient théoriquement amplifier le transport de glucose. Néanmoins, des études biochimiques doivent être réalisées afin de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

Les travaux ont également mis en évidence le domaine d'application rationnel et les limites du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion pour le salage-séchage de viande de dinde. Les applications rationnelles de la déshydratation-imprégnation par immersion sont limitées à la formulation de produits faiblement ou moyennement déshydratés (55 à 70 % d'eau) et pouvant contenir 2 à 10 % de sel. La déshydratation-imprégnation par immersion peut donc être envisagée pour stabiliser de nombreux produits de salaison en une seule opération. Cependant, ce procédé ne permet pas en une seule opération de décliner tous les produits existants. Effectivement, l'effet barrière du sucre sur le sel n'est pas suffisant pour limiter trop drastiquement le degré de salage. Aussi, la formulation par déshydratation-imprégnation par immersion de produits secs et peu salés de type jambon sec est-elle rendue difficile.

En plus des limitations liées aux transferts de matière, les mesures des propriétés thermo-physiques des solutions concentrées mises en jeu ont permis de définir une seconde série de limitations, dont les justifications sont plus technologiques. Les allégations selon lesquelles la déshydratation sans changement de phase autorisée par la déshydratation-imprégnation par immersion rendrait ce procédé très concurrentiel sont à nuancer à cause de la nécessité de régénérer ces solutions. En effet, les solutions très concentrées en sucres sont particulièrement visqueuses, ce qui rend leur régénération difficile. D'autre part si la déshydratation-imprégnation par immersion permet théoriquement d'obtenir des produits formulés et très peu déshydratés, les solutions mises en jeu ont une activité de l'eau très forte, ce qui pose des problèmes de sécurité des aliments. Afin de proposer une alternative à ce dernier problème, l'idée d'Immersion sous Vide Pulsé (IVP) a été proposée. De plus et surtout, l'introduction d'une nouvelle variable intensive du procédé augmente le nombre de degrés de liberté de l'opération, ce qui nous a permis d'étendre le domaine d'applications des procédés d'immersion et de s'affranchir en partie de la lenteur des mécanismes diffusifs mis en œuvre en déshydratation-imprégnation par immersion.

En effet, la seconde partie de cette étude a contribué à caractériser et à mieux comprendre le procédé d'immersion sous vide pulsé appliqué à la formulation de viande de dinde. Par rapport au procédé d'immersion à pression atmosphérique (IPA), le procédé d'immersion sous vide pulsé modifie considérablement les transports de matière. Ces modifications se traduisent par une augmentation du gain en sel et une diminution de la perte en eau, ce qui a pour conséquence une augmentation du rendement massique. En immersion à pression atmosphérique, ce dernier est inférieur à 100 % quand la solution est saturée en sel.

Dans les mêmes conditions en immersion sous vide pulsé, le rendement massique est supérieur à 100 %. D'autre part, les produits traités par immersion sous vide pulsé sont nettement plus homogènes que les produits traités en immersion à pression atmosphérique. Les principales variables opératoires ont été identifiées et leurs effets ont été mis en évidence.

Les effets du procédé d'immersion sous vide pulsé peuvent être expliqués par quelques mécanismes simples mais concomitants. Tout d'abord, la présence de pores de taille suffisante et de gaz occlus et/ou dissous dans le produit est indispensable. L'absence de l'un ou de l'autre de ces paramètres se traduit par des transferts de matière en immersion sous vide pulsé identiques à ceux obtenus en immersion à pression atmosphérique. En fait, les gaz présents dans les pores subissent une expansion lors des phases sous vide et sont expulsés des pores. Lors de la remise à pression atmosphérique, les gaz résiduels des pores sont comprimés, ce qui induit l'infiltration d'un volume de solution à l'intérieur des pores. Pendant la phase de maintien à pression atmosphérique, des transferts de matière par diffusion se déroulent entre la solution infiltrée dans les pores et la surface interne de ces pores. Ces transferts ont pour conséquence une dilution de la solution infiltrée, qui modifie les transferts diffusifs internes dans le sens d'une limitation voire d'une inversion des transferts d'eau. En fin de traitement, après la dernière remise à pression atmosphérique, la solution infiltrée reste emprisonnée au moins pour partie dans le produit. L'addition de ces phénomènes de dilution à cœur et d'infiltration de solution dans le produit expliquent l'augmentation du gain en sel et la diminution de la perte en eau constatés globalement en immersion sous vide pulsé.

De nombreuses questions restent posées. Aussi, convient-il de proposer quelques recommandations pour les études ultérieures. Tout d'abord, la géométrie des pores de la viande et leurs réactions aux différences de pression et à des solutions d'infiltration de viscosité variable doivent être étudiées. A cet effet, des études histologiques ainsi que des travaux sur des gels modèles, ayant des propriétés rhéologiques différentes, et perforés (pores de différentes tailles) devraient permettre de mieux comprendre le comportement de ces pores. Afin d'évaluer l'effet de l'immersion sous vide pulsé sur la porosité de la viande, des essais d'évaluation de cette porosité, identiques à celui que nous avons réalisé, devraient être conduits dans des conditions différentes, en faisant varier en particulier le nombre de cycles. Ainsi, une relation liant la porosité et le nombre de cycles pourrait être établie.

D'autre part, les voies d'infiltration de la solution méritent d'être mieux connues. Des essais de saumurage dans une solution dont l'eau et les solutés seraient marqués permettraient un suivi précis de l'infiltration en IRM.

Ensuite, les contributions respectives des phénomènes d'infiltration et de dilution de la solution infiltrée ne peuvent pas encore être estimées précisément. Il serait indispensable de pouvoir s'affranchir totalement des phénomènes de diffusion, en utilisant par exemple une huile très fluide, dont les propriétés physiques soient les plus proches possibles de celles de nos solutions (viscosité en particulier). Ainsi, il serait possible de quantifier précisément le volume de solution qui pénètre dans la viande. Dans le même esprit, la conception d'un dispositif expérimental permettant de descendre et remonter très rapidement en pression est indispensable, afin d'une part d'étudier l'effet des durées des rampes, et d'autre part de conduire le procédé dans le domaine des temps caractéristiques estimés des phénomènes de dilution à cœur (ordre de grandeur de la seconde).

Enfin, le comportement des bulles dans les pores doit être étudié. Il dépend en particulier du volume des pores, de la zone de formation des bulles et de l'orientation du

produit dans le champ de gravité. Le comportement de ces bulles est probablement très sensible aux conditions initiales. Sa connaissance permettrait à la fois de mieux comprendre et d'optimiser le procédé d'immersion sous vide pulsé.

En conclusion de ce travail, une discussion a été menée pour évaluer l'intérêt du séquençage des procédés de déshydratation-imprégnation par immersion et/ou d'immersion sous vide pulsé, dans le but de raccourcir les temps de traitement et/ou de pouvoir étendre la gamme des produits formulables, tant animaux que végétaux, par immersion dans de bonnes conditions. Cependant, les effets de l'activité de l'eau des solutions et du produit immergé sur la qualité microbiologique de la solution et des produits finis doivent être étudiés avec précision pour que les opérations séquencées limitent au maximum les risques de contamination microbiologique des solutions et des produits.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT IN CHARGE
OF THE BUREAU OF
THE INSULAR AFFAIRS

WILLIAM H. HARRIS

U. S. DEPT. OF THE INTERIOR



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- A**FNOR, 1968-a. Produits de l'agriculture - Viandes et produits à base de viande - Détermination de l'humidité. *Norme NF V 04-401*.
- AFNOR, 1968-b. *Produits de l'agriculture - Viandes et produits à base de viande - Détermination de la teneur en matière grasse libre*. Norme NF V 04-403.
- Andersen H.J. et Hinrichsen L.L., 1995. Changes in curing agents, microbial counts and volatile compounds during processing of green bacon using two different production technologies. *J. Sci. Food Agric.*, **68** (4), 477-487.
- Andres A., Panizzolo L., Camacho M.M., Chiralt A. et Fito P., 1997. Distribution of salt in Manchego type cheese after brining. In: *Engineering and food at ICEF 7: Proceedings of the 7th International Congress on Engineering and Food*, Part 1, Jowitt R. (ed.), Sheffield Academic Press, Sheffield, UK, 133-136.
- Anonyme, 1997-a. Scientists' statement regarding data on the sodium-hypertension relationship and sodium health claims on food labeling. *Nutr. Rev.*, **55** (5): 172-175.
- Anonyme, 1997-b. La dinde progresse. *Process*, **1128**: 32.
- Ansorena D., Zapelena M.J., Astiasaran I. et Bello J., 1998. Addition of palatase M (lipase from *Rhizomucor miehei*) to dry fermented sausages : effect over lipolysis and study of the further oxidation process by GC-MS. *J. Agric. Food Chem.*, **46**, 3244-3248.
- April E.W., Brandt P.W. et Elliott G.F., 1972. The myofilament lattice : studies on isolated fibers. II. The effects of osmotic strength, ionic concentration, and pH upon the unit-cell volume. *J. Cell Biol.*, **53** :53-65.
- Arakawa N., Chu Y.J., Kurata T., Matsubara M. et Takuno M., 1987. Effect of water removal on meat quality using contact-dehydrating sheet. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi*, **34** (10), 680-687.
- Arteaga G.E., Li-Chan E., Vazquez-Arteaga et Nakai S., 1994. Systematic experimental designs for product formula optimization. *Trends Food Sci. Technol.*, **5**: 243-254.
- Auclair G. et Simard R.E., 1982. Niveau de contamination microbienne dans un abattoir de volailles. *Can. Inst. Food Sci. Technol. J.*, **15** (3), 185-190.
- Auvergne A., 1992. *Facteurs de variation de la composition corporelle et tissulaire des canards avant et après gavage*. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- Azuara E., Garcia H.S. et Beristain C.I., 1996. Effect of the centrifugal force on osmotic dehydration of potatoes and apples. *Food Res. Int.*, **29** (2) : 195-199.
- B**abji A.S., Froning G.W. et Ngoka D.A., 1982. The effect of short-term tumbling and salting on the quality of turkey breast muscle. *Poult. Sci.*, **61** (2): 300-303.
- Baccus-Taylor G. et Maurer A.J., 1991. The preparation of semi-dry fermented sausages using underutilized chicken meat. *Poult. Sci.*, **70** (suppl. 1), 8.
- Baccus-Taylor G., Glass K.A., Luchansky J.B. et Maurer A.J., 1993. Fate of *Listeria monocytogenes* and *Pediococcal* starter cultures during the manufacture of chicken summer sausage. *Poult. Sci.*, **72** (9), 1772-1778.
- Baeza E., 1995. La viande de canard: production et principales caractéristiques. *Prod. Anim.*, **8** (2), 117-125.
- Bailey D.G., 1992. Protein removal from cattlehides during brine curing. I. Identification of bovine serum albumin as the major salt soluble protein component. *J. Am. Leather Chem. Assoc.*, **87**, 26-35.
- Baker R.C., 1990. What exactly is turkey ham ? *News et Views*, **75** (6): 14.

- Baker R.C., Darfler J.M. et Bourne M.C., 1968. The effect of level of skin on the quality of chicken frankfurters. *Poult. Sci.*, **47** (6), 1989-1997.
- Baker R.C., Darfler J.M. et Vadehra D.V., 1970. Effect of type, age and freezing of poultry meat before processing on the quality of chicken frankfurters. *Poult. Sci.*, **49** (6), 747-751.
- Baker R.C., Darfler J.M. et Vadehra D.V., 1972. Effect of selective additives on the acceptability of chicken frankfurters. *Poult. Sci.*, **51** (5), 1617-1619.
- Baker R.C., Paredes M.D. et Qureshi R.A., 1987. Prevalence of *Campylobacter jejuni* in eggs and poultry meat in New York State. *Poult. Sci.*, **66** (11): 1766-1770.
- Baldini P., Campanini M., Pezzani G. et Palmia F., 1984. Réduction de la quantité de chlorure de sodium employé dans les produits séchés. *Viandes Prod. Carn.*, **5** (3), 83-88.
- Barat J.M., Alvarruiz A., Chiralt A., et Fito P., 1997. A mass transfer modelling approach in osmotic dehydration. In: *Engineering and food at ICEF 7: Proceedings of the 7th International Congress on Engineering and Food*, Part 2, Jowitt R. (ed.), Sheffield Academic Press, Sheffield, UK, 81-84.
- Barat J.M., Chiralt A. et Fito P., 1998-a. Equilibrium in cellular food osmotic solution systems as related to structure. *J. Food Sci.*, **63** (5): 836-840.
- Barat J.M., Grau R., Montero A., Chiralt A. et Fito P., 1998-b. Feasibility of brining of ham for curing. In: *Proceedings of the 44th International Congress of Meat Science and Technology*, Barcelona, Spain, Vol. II, 970-971.
- Barbieri G., Bolzoni L., Parolari G., Virgili R., Buttini R., Careri M. et Mangia A., 1992. Flavor compounds of dry-cured ham. *J. Agric. Food Chem.*, **10** (12), 2389-2394.
- Barbut S. et Findlay C.J., 1989. Sodium reduction in poultry products: a review. *Crit. Rev. Poult. Biol.*, **2** (1): 59-95.
- Barnard R.J. et Youngren J.F., 1992. Regulation of glucose transport in skeletal muscle. *FASEB J.*, **6** (14) : 3238-3244.
- Barnier E., Vincent J.P. et Catteau M., 1988. Survie de *Listeria monocytogenes* dans les saumures et le sérum de fromagerie. *Sci. Alim.*, **Hors-série IX**, 175-178.
- Bartholomew D.T. et Blumer T.N., 1980. Effects of lactic acid bacteria on quality of country-style ham. *J. Food Sci.*, **45** (3), 426-430.
- Bastard J.P., Jardel C., Guerre-Millo M. et Hainque B., 1998. Les transporteurs d'hexoses chez l'homme : leur rôle dans l'immunosensibilité des tissus périphériques. *Rev. Med. Interne*, **19** (2) : 108-118.
- Bater B., Descamps O. et Maurer A.J. 1993. Quality characteristics of cured turkey thigh meat with added hydrocolloids. *Poult. Sci.*, **72** (2), 349-354.
- Bauermann J.F., 1979. Processing of poultry products with and without sodium nitrite. *Food Technol.*, **33** (7), 42-43.
- Baumgart P.J., Verstrate J.A. et Spencer V., 1980. Manufacture and evaluation of a fabricated turkey bacon. *Poult. Sci.*, **59** (8), 1783-1787.
- Beauchamp G.K. et Brand J.G., 1994. The chemical senses. In: *Quality attributes and their measurement in meat, poultry and fish products*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Chapman & Hall, Glasgow, 162-183.
- Bedinghaus A.J., Ockerman H.W., Parrett N.A. et Plimpton Jr R.F., 1992. Intermittent tumbling affects quality and yield in prerigor sectioned and formed ham. *J. Food Sci.*, **57** (5): 1063-1065, 1092.
- Beggs K.L.H., Bowers J.A. et Brown D., 1997. Sensory and physical characteristics of reduced-fat turkey frankfurters with modified corn starch and water. *J. Food Sci.*, **62** (6): 1240-1244.

- Behanan L., Mathew S., Sudharma D., Mukundan M.K. et Malika V., 1992. Effect of fruit juices with acetic acid on the quality and storage stability of pickled fish. *Fisheries Technol.*, **29**, 40-44.
- Belemlih A., 1986. *Etude physico-chimique et microbiologique des principaux produits de charcuterie-salaison d'origine marocaine (viandes et poissons). Proposition de normes de contrôle. Mise au point de nouvelles fabrications*. Thèse de Doctorat, l'Université Blaise Pascal, Clermon-Ferrand.
- Bell A.E., 1989. Gel structure and food biopolymer. In: *Water and food quality*, Hardman T.M. (ed.), Elsevier Applied Science, London, UK, 251-275.
- Bell T.A. et Etchells J.L., 1961. Influence of salt (NaCl) on pectinolytic softening of cucumbers. *J. Food Sci.*, **26** (1), 84-90.
- Berdagué J.L., Denoyer C., Le Quéré J.L. et Semon E., 1991. Volatile compounds of dry-cured ham. *J. Agric. Food Chem.*, **39** (7), 1257-1261.
- Bines V. et Holmes D., 1994. Brine salting of cheese. *Dairy Ind. Internat.*, **59** (6), 33-38.
- Boatella R.J., Rafecas M.M., Codony S.R., Minguell J.G. et Cases S.J., 1996. *Process for producing a low sodium meat product*. Brevet américain n° 5 534 279.
- Bohuon P., 1995. *Déshydratation-Imprégnation par Immersion en solutions ternaires: étude des transports d'eau et de solutés sur gel et produits d'origine animale*. Thèse de Doctorat, Université Montpellier II.
- Bohuon P., Le Maguer M., et Raoult Wack A.L., 1997. Densities and viscosities of ternary systems on NaCl-Sucrose-Water from 283.15 to 303.15 K. *J. Chem. Eng. Data*, **42** (2), 266-269.
- Bohuon P., Collignan A., Rios G.M. et Raoult-Wack A.L., 1998. Soaking process in ternary liquids: Experimental study of mass transport under natural and forced convection. *J. Food Eng.*, **37**, 451-469.
- Boistier-Marquis E., Lagsir-Oulahal N. et Callard M., 1999. Applications des ultrasons de puissance en industries alimentaires. *Ind. Alim. Agric.*, **116**: 23-31.
- Bolder N.M., 1997. Decontamination of meat and poultry carcasses. *Trends Food Sci. Technol.*, **8** (7): 221-227.
- Bolin H.R., Huxsoll C.C., Jackson R. et Ng K.C., 1983. Effect of osmotic agents and concentration on fruit quality. *J. Food Sci.*, **48** : 202-205.
- Bongirwar D.R. et Sreenivasan A., 1977. Studies on osmotic dehydration of banana. *J. Food Sci. Technol.*, **14**, 104-112.
- Bower C.K., McGuire J. et Daeschel M.A., 1996. The adhesion and detachment of bacteria and spores on food-contact surfaces. *Trends Food Sci. Technol.*, **7** (5), 152-157.
- Brand J.G. et Bryant B.P., 1994. Receptor mechanisms for flavor stimuli. *Food Qual. Pref.*, **5**, 31-40.
- Brockwell I.P., 1981. *Method and apparatus for the salting of cheese curd*. Brevet anglais n° 2 072 480A.
- Brooks B.A., Klasing K.C. et Regenstien J.M., 1985. Effects of antemortem injected crude papain in chicken muscle. *J. Food Sci.*, **50** (5), 1370-1374.
- Brown C.L., Hedrick H.B. et Bailey M.E., 1974. Characteristics of cured ham as influenced by levels of sodium nitrite and sodium ascorbate. *J. Food Sci.*, **39**, 977-979.
- Bruce H.L., Wolfe F.H., Jones S.D.M. et Price M.A., 1996. Porosity in cooked beef from controlled atmosphere packaging is caused by rapid CO₂ gas evolution. *Food Res. Int.*, **29** (2) : 189-193.
- Bruhn C.M., 1994. Consumer perceptions of quality. In *Minimal Processing of Foods and Process Optimization: An Interface*, eds. R.P. Singh et F.A.R. Oliveira, CRC Press, London, 493-504.

- Bryan F.L. et Doyle M.P., 1995. Health risks and consequences of *Salmonella* and *Campylobacter jejuni* in raw poultry. *J. Food Prot.*, **58** (3): 326-344.
- Budahn B.E. et Burnell E., 1989. *Method and apparatus for continuously producing cheese utilizing brine salting*. Brevet américain n° 4 820 540.
- Budny J., Zywicka R., Kormachi K., Cierach M. et Klebukowska L., 1996. Possibilities of preserving technological properties of agricultural raw materials by electric current. In: *Scientific, technical and organizational progress in Polish agriculture*. Warszawa, 87-95.
- Burger M.F., 1995. *Low salt curing process for preparing dry cured country ham*. Brevet américain n° 5 472 722.
- Busboom J.R., 1992. Curing and smoking poultry meat. *Ext. Bull. Wash. State Univ. Coop. Ext. Serv. Pulman, Wash., The Service*, **July**, 2-4.
- Buscailhon S., 1992. *Influence des caractéristiques de la matière première sur les qualités organoleptiques du jambon sec*. Thèse de Doctorat, Université Montpellier II.
- Bushway A.A., Ficker N. et Jen C.W., 1982. Effect of nitrite and sorbate on total number of aerobic microorganisms in chicken white and dark meat patties. *J. Food Sci.*, **47** (3): 858-863.
- Buttiaux R., 1963. Les bactéries nitrifiantes des saumures de viandes. *Rev. Ferm. Ind. Alim.*, **18** (6), 141-143.
- Byers R.L. et Snyder G.K., 1984. Effects of maturation on tissue capillarity in chickens. *Respir. Physiol.*, **58** (2): 137-150.
- Camirand W.M., Forrey R.R., Popper K., Boyle K. et Stanley W.L., 1968. Dehydration of membrane-coated foods by osmosis. *J. Sci. Food Agric.*, **19**, 472-474.
- Campbell S., Duckworth S., Thomas C.J. et McMeekin T.A., 1987. A note on adhesion of bacteria to chicken muscle connective tissue. *J. Appl. Bacteriol.*, **63** (1): 67-71.
- Cammack R., Joannou C.L., Cui X.Y., Torres Martinez C., Maraj S.R. et Hughes M.N., 1999. Nitrite and nitrosyl compounds in food preservation. *Biochim. Biophys. Acta*, **1411** (2-3): 475-488.
- Campbell N., Cabrera V., Vinagre J. et Castro E., 1992. Elaboracion de marinadas de sardina espanola (*Sardinaps sagax musica*) a partir de filetes premarinados. *Alimentos*, **17** (3): 11-17.
- Cannon J.E., McKeith F.K., Martin S.E., Novakofski J. et Carr T.R., 1993. Acceptability and shelf-life of marinated fresh and precooked pork. *J. Food Sci.*, **58** (6), 1249-1253.
- Carr M.A., Miller M.F., Daniel D.R., Yarbrough C.E., Petrosky J.D. et Thompson L.D., 1997. Evaluation of the physical, chemical and sensory properties of jerky processed from emu, beef, and turkey. *J. Food Qual.*, **20**: 419-425.
- Cassens R.G., 1995. Use of sodium nitrite in cured meats today. *Food Technol.*, **July 95**, 72-80, 115.
- Castro D., Treto O., Fito P., Panades G., Nunez M., Fernandez C. et Barat J.M., 1997. Deshidratacion osmotica de pina a vacio pulsante. Estudio de las variables del proceso. *Alimentaria*, **35** (282): 27-32.
- Cawthorne R.J.G., 1997. Failure to confirm a TSE in chickens. *Vet. Records*, **141**, 23 août, 203.
- Centelegue J.L., Millièrre J.B., Veillet L. et Weber F., 1971. Aspects physico-chimiques et microbiologiques du salage en saumure des pates molles moisies. *La Technique Laitière*, **26**, 13-19.
- Cervený J.G., 1980. Effects of changes in the production and marketing of cured meats on the risk of botulism. *Food Technol.*, **34** (5): 240-243.

- CEVPM, 1993. *Le fumage du saumon*. Fiche technique n° 10. CEVPM, Boulogne-sur-mer, France.
- Charrier S., 1992. *Influence de la nature des ferments sur la biogenèse des composés d'arôme et sur les qualités organoleptiques du saucisson sec*. Thèse de Doctorat, Université Clermont-Ferrand II.
- Chatterjee A.K., Panda B., Khabade V.S. et Puttarajappa R., 1971. Studies on curing and smoking of poultry. *J. Food Sci. Technol.*, **8** (1), 28-30.
- Chen C.M. et Jones K.W., 1988. Chemical, sensory and microbiological properties of cured pork and turkey ham products. *J. Food Sci.*, **53** (5): 1273-1277.
- Chen B.H., Wang C.Y. et Chiu C.P., 1996. Evaluation of analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in meat products by liquid chromatography. *J. Agric. Food Chem.*, **44**, 2244-2251.
- Chen B.H. et Lin Y.S., 1997. Formation of polycyclic aromatic hydrocarbons during processing of duck meat. *J. Agric. Food Chem.*, **45** (4), 1394-1403.
- Chiralt A. et Fito P., 1997. Salting of manchego type cheese by vacuum impregnation. In: *Food engineering 2000*, Proceedings of the conference, Sao Paulo, November 1995, Fito P., Ortega-Rodriguez E. et Barbosa-Canovas G. (eds.), Chapman & Hall, 215-230.
- Chu Y.J., Arakawa N., Kurata T., Matsubara M. et Takuno M., 1987. Color changes of beef using contact-dehydrating sheet. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi*, **34** (10), 688-695.
- Cierach, M. et Zywicka, R., 1992. Experimental application of an electric current during brining of meat. *Gospodarka Miesna*, **44** (11) : 24-26.
- Claus J.R., Colby J.W. et Flick G.J., 1994. Processed meats/poultry/seafood. In: *Muscle Foods*, Kinsman M., Kotula A.W. et Breidenstein B.C. (eds.), Chapman & Hall, NY, USA, 106-162.
- Cochran W.G. et Cox G.M., 1966. *Experimental designs*. John Wiley & Sons, London.
- Collignan A. et Raoult-Wack A.L., 1992. Dewatering through immersion in sugar/salt concentrated solutions at low temperature. An interesting alternative for animal foodstuffs stbilisation. In: *Drying '92*, A.S. Mujumdar (ed.), Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1887-1896.
- Collignan A., Raoult-Wack A.L. et Thélelin A., 1992-a. Energy study of food processing by osmotic dehydration and air drying. *Agric. Eng. J.*, **1** (3), 125-135.
- Collignan A., Knockaert C., Raoult-Wack A.L. et Vallet J.L., 1992-b. *Procédé et dispositif de salage/séchage et de fumage à froid de produits alimentaires carnés*. Brevet français n° 92/08958.
- Collignan A. et Raoult-Wack A.L., 1994. Dewatering and salting of cod by immersion in concentrated sugar/salt solutions. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **27**, 259-264.
- Conway W.S. et Sams C.E., 1983. Calcium infiltration of golden apples and its effect on decay. *Phytopathol.*, **73** (7): 1068-1071.
- Cooper J.B. et Jenkinson M., 1974. Dry versus liquid smoke curing of turkeys. *Poult. Sci.*, **53** (4), 1355-1358.
- Cornforth D., 1994. Color – its basis and importance. In: *Quality attributes and their measurement in meat, poultry and fish products*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Chapman & Hall, Glasgow, 34-78.
- Cosentino R., Bonapace F. et Cocchi S., 1987. *Salting process and apparatus for electrostatic deposition of particulate salt on cheese*. Brevet européen n° EP 0 231 984 A2.
- Craig J.A., Bowers J.A., Wang X.Y. et Seib P.A., 1996. Inhibition of lipid oxydation in meats by inorganic phosphate and ascorbate salts. *J. Food Sci.*, **61** (5) : 1062-1067.
- Crank J., 1975. Diffusion in a cylinder, In: *The mathematics of diffusion*. Clarendon Press, Oxford, UK, pp. 69-88.

- Cuisset A., 1993. L'aviculture. *J. Off. Rép. Franç.*, **16** (3 août 1993), Avis et rapports du Conseil Economique et Social.
- Cushman S.W., Goodyear L.J., Pilch P.F., Ralston E., Galbo H., Ploug T., Kristiansen S. et Kilp I.A., 1998. Molecular mechanisms involved in GLUT4 translocation in muscle during insulin and contraction stimulation. *Adv. Exp. Med. Biol.*, **441** : 63-71.
- Dalla-Rosa M., Pinnavaia G. et Lerici C.R., 1982. La deidratazione della frutta mediante osmosi diretta, Nota II. Esperienze di laboratorio su alcuni generi di frutta. *Ind. Conserve*, **57**: 3-7.
- Del Campo M.M. et Cutting C.L., 1956. Heat and water transfer during the dehydration of herring fillets. *J. Sci. Food Agric.*, **7** (1), 417-424.
- Del Valle F.R. et Nickerson J.T.R., 1967-a. Studies on salting and drying fish. I. Equilibrium considerations in salting, *J. Food Sci.*, **32**, 173-179.
- Del Valle F.R. et Nickerson J.T.R., 1967-b. Studies on salting and drying of fish. II. Dynamic aspects of the salting of fish. *J. Food Sci.*, **32**: 218-224.
- Del Valle F.R. et Nickerson J.T.R., 1968. A quick-salting process for fish. *Food Technol.*, **22**: 1036-1038.
- Del Valle J.M. et Aguilera J.M., 1990. Recovery of liquid by-products from fish meal factories: a review. *Process Biochem. Int.*, **25** (4), 122-131
- Del Valle J.M., Aranguiz V. et et Diaz L., 1998. Volumetric procedure to assess infiltration kinetics and porosity of fruits by applying a vacuum pulse. *J. Food Eng.*, **38**: 207-221.
- Deng J.C., 1977. Effect of freezing and frozen storage on salt penetration into fish muscle immersed in brine. *J. Food Sci.*, **42** (2) : 348-351.
- Deumier F., 1994. *Essais préliminaires d'application de la DII au magret de canard*. Rapport CIRAD n° 143/96.
- Deumier F., Zakhia N. et Collignan A., 1996-a. Formulation of a cured meat product by the dewatering-impregnation soaking (DIS) process: mass transfer study and assessment of product quality. *Meat Sci.*, **44** (4), 293-306.
- Deumier F., Rivier M. et Collignan A., 1996-b. Procédé de séchage-salage-fumage en continu de produits carnés. Application au traitement du hareng et du saumon. Rapport CIRAD-SAR n° 142/96, 145 p.
- Deumier F., Mens F., Hériard-Dubreuil B. et Collignan A., 1997. Control of immersion processes. A novel system for monitoring mass transfers tested with herring brining. *J. Food Eng.*, **32** (3): 293-311.
- Devine R., 1996. Le marché des produits carnés en 1995. *Viand. Prod. Carn.*, **17** (2), 79-90.
- DeVitre H.A. et Cunningham F.E., 1985. Tenderization of spent hen muscle using papain, bromelin, or ficin alone and in combination with salts. *Poult. Sci.*, **64**, 1476-1483.
- Diaz O., Fernandez M., Garcia de Fernando G.D., de la Hoz L. et Ordonez J.A., 1996. Effect of the addition of papain on the dry fermented sausage proteolysis. *J. Sci. Food Agric.*, **71**, 13-21.
- Dimitrov G. et Yanchev I., 1974. Changes in the ultrastructure of the *longissimus dorsi* muscle of pigs during processing. *Khranitelna Promishlenost*, **23** (3), 26-28.
- Djelveh G., 1990. *Etude des phénomènes de transfert de matière dans les produits alimentaires. Utilisation du concept de la thermodynamique linéaire des processus irréversibles pour l'analyse des interactions entre les différents constituants du produit et le soluté*. Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal, Clermont-Ferrand.
- Djelveh G. et Gros J.B., 1988. Measurement of effective diffusivities of ionic and non-ionic solutes through beef and pork muscles using a diffusion cell. *Meat Sci.*, **23** : 11-20.
- Doe P.E., Hashmi R., Poulter R.G. et Olley J., 1982. Isohalic sorption isotherms. I. Determination for dried salted cod (*Gadus morrhua*). *J. Food Technol.*, **17** : 125-134.

- Doehlert D.H., 1970. Uniform shell designs. *Appl. Statist.*, **19**: 231-239.
 - Dolatowski Z.J., 1988. Ultraschall. 2. Einfluss von Ultraschall auf die Mikrostruktur von Muskelgewebe bei der Pökellung. *Fleischwirtsch.*, **68** (10) : 1301-1303.
 - Draper N. et Smith H., 1981. *Applied Regression Analysis*. John Wiley & Sons, New York.
 - Dusautois C., Serpelloni M. et Debevere J., 1993. Emploi de la glucono delta lactone en association avec des additifs conservateurs pour augmenter la durée limite de vente des aliments faiblement et semi acides réfrigérés. *Ind. Alim. Agric.*, **Septembre**: 648-652.
 - Dussap G. et Gros J.B., 1980. Diffusion-sorption model for the penetration of salt in pork and beef muscle. In: *Food Process Engineering*, Linko P. et al. (eds.), Applied Science Publishers, Amsterdam, The Netherlands, 407-411.
 - Dziedzic S.Z. et Kearsley M.W., 1984. Physico-chemical properties of glucose syrups. In: *Glucose Syrups : Science and Technology*, Dziedzic S.Z. et Kearsley M.W. (eds.), Elsevier Applied Science Publishers, London, pp. 137-168.
- E**ddy B.P. et Kitchell A.G., 1961. Nitrate and nitrite metabolism in a bacon-curing brine and their relation to the bacterial population. *J. Sci. Food Agric.*, **12**, 146-152.
- Ely D.L., 1997. Overview of dietary sodium effects on and interactions with cardiovascular and neuroendocrine functions. *Am. J. Clin. Nutr.*, **65** (2 supp.): 594S-605S.
- Emam-Djomeh Z., Djelveh G., Bonnin P. et Sirami J., 1996. Maîtrise du transfert simultané d'eau et de solutés en déshydratation osmotique des viandes. *Viandes Prod. Carnés*, **17** (6) : 345-346.
- F**avetto G., Chirife J. et Bartholomai G.B., 1981-a. A study of water activity lowering in meat during immersion-cooking in sodium chloride-glycerol solution. I. Equilibrium considerations and diffusional analysis of solute uptake. *J. Food Technol.*, **16**, 609-619.
- Favetto G., Chirife J. et Bartholomai G.B., 1981-b. A study of water activity lowering in meat during immersion-cooking in sodium chloride-glycerol solution. II. Kinetics of a_w lowering and effect of some process variables. *J. Food Technol.*, **16**, 621-628.
- Fehringer N.V., 1978. Effect of brine treatment on pesticide residues during recycling of pickling brine. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, **61** (6), 1441-1444.
- Feng S. et R.Y.Y. Chiou, 1993. Characterization of white particulates in brine of indigenous fermented foods. *J. Food Protec.*, **56**, 243-245.
- Fito P., 1994. Modelling of vacuum osmotic dehydration of food. *J. Food Eng.*, **22**, 313-328.
- Fito P. et Pastor R., 1994. Non-diffusional mechanisms occurring during vacuum osmotic dehydration. *J. Food Eng.*, **21** (4): 513-519.
- Fito P., Andrès A., Pastor R. et Chiralt A., 1994-a. Vacuum osmotic dehydration of fruits. In: *Minimal Processing of Foods and Process optimization. An Interface*, Singh R.P. et Oliveira F.A.R. (eds.), CRC Press, London, 107-121.
- Fito P., Chiralt A., Mata M., Pastor R. et Andrès A., 1994-b. Mass transfer behaviour and structural changes in vacuum osmotic dehydration of foods. In: *Osmotic Dehydration of Fruits and Vegetables*, Lenart A. et Lewicki P.P. (eds.), Proceedings of the seminar, April 18-19, 1994, Warsaw, 5-19.
- Fito P., Chiralt A., Mata M., Pastor R. et Andrès A., 1995. Mass transfer behaviour and structural changes in vacuum osmotic dehydration of foods. In: *Osmotic dehydration of fruits and vegetables*, Lenart A. et Lewicki P.P. (eds.), Proceedings of the seminar, 18-19 avril 1994, Warsaw, Pologne: 5-19.

- Fito P., Andrès A., Chiralt A. et Pardo P., 1996. Coupling of hydrodynamic mechanism and deformation-relaxation phenomena during vacuum treatments in solid porous food-liquid systems. *J. Food Eng.*, **27** (3): 229-240.
- Flores J., 1997. Mediterranean vs northern European meat products. Processing technologies and main differences. *Food Chem.*, **59** (4), 505-510.
- Flore M., Aristoy M.C. et Toldra F., 1997. Curing agents affect aminopeptidase activity from porcine skeletal muscle. *Z. Lebensm. Unters Forsch.*, **205**, 343-346.
- Forni E., Torreggiani D., Battiston P. et Polesello A., 1986. Research into changes of pectic substances in apricot and peaches processed by osmotic dehydration. *Carbohydrate Polymers*, **6**, 379-393.
- Fox J.B., 1980. Diffusion of chloride, nitrite and nitrate in beef and pork. *J. Food Sci.*, **45** : 1740-1752.
- Freixenet L., 1993. Spruhinjektion bei fleisch. Einfluss des Pokellakedrückes auf die Qualität der Produkte. *Fleischwirtsch.*, **73** (5), 504-506.
- French D.A., Kader A.A., Labavitch J.M., 1989. Softening of canned apricots: a chelation hypothesis. *J. Food Sci.*, **54** (1): 86-89.
- Frentz J.C., 1990. *L'encyclopédie de la charcuterie*. Soussana, Paris, France.
- Froehlich D.A., Gullett E.A. et Osborne W.R., 1983. Effect of nitrite and salt on the color, flavor and overall acceptability of ham. *J. Food Sci.*, **48** : 152-154, 171.
- Froning G.W. et Sackett B., 1985. Effect of salt and phosphates during tumbling of turkey breast muscle on meat characteristics. *Poult. Sci.*, **64** (7): 1328-1333.
- Fry J.L., Waldroup P.W., Ahmed E.M. et Lydick H., 1966. Enzymatic tenderization of poultry meat. *Food Technol.*, **20** (7), 102-103.
- Gallo L., Schmitt R.E. et Schmidt-Lorenz W., 1988. Microbial spoilage of refrigerated fresh broilers. I. Bacterial flora and growth during storage. *Lebensm.-Wiss. u. Technol.*, **21**, 216-223.
- Garcia C., Berdagué J.L., Antequera T., Lopez-Bote C., Cordoba J.J. et Ventanas J., 1991. Volatile compounds of dry cured iberian ham. *Food Chem.*, **41** (1), 23-32.
- Garrote R.L. et Bertone R.A., 1989. Osmotic concentration at low temperature of frozen strawberry halves. Effect of glycerol, glucose and sucrose solutions on exudate loss during thawing. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **22**, 264-267.
- Garrote R.L., Silva E.R. et Bertone R.A., 1992. Osmotic concentration at 5°C and 25°C of pear and apple cubes and strawberry halves. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **25**, 133-138.
- Gasbarro G.N., 1975. *Method for marinating poultry products*. Brevet américain n° 3 928 634.
- Gascoyne J., 1989. The world turkey industry, structure and production. In: *Recent Advances in Turkey Science*, Nixey C. et Grey T.C. (eds.), Butterworths, London, 3-9.
- Gattegno I., 1997. La charcuterie de volaille. *RIA*, **566**, 29.
- Geornaras I., De Jesus A.E., Van Zyl E. et Von Holy A., 1996. Bacterial populations associated with poultry processing in a South African abattoir. *Food Microbiol.*, **13** (6), 457-465.
- Geurts T.J., Walstra P. et Mulder H., 1974. Transport of salt and water during salting of cheese. I. Analysis of the processes involved. *Neth. Milk Dairy J.*, **28**, 102-129.
- Geurts T.J., Walstra P. et Mulder H., 1980. Transport of salt and water during salting of cheese. II-Quantity of salt taken up and moisture lost. *Neth. Milk Dairy J.*, **34**, 229.
- Ghavimi B., Rogers R.W., Althen T.G. et Ammerman G.R., 1986. Effects of nonvacuum, vacuum and nitrogen back-flush tumbling on various characteristics of restructured cured beef. *J. Food Sci.*, **51** (5): 116-1168.

- Giangiaco R., Torreggiani D. et Abbo E., 1987. Osmotic dehydration of fruit. Sugars exchange between fruit and extracting syrups. *J. Food Process. Preserv.*, **11** (3) : 183-195.
- Gilbert J. et Knowles M.E., 1975. The chemistry of smoked products: a review. *J. Food Technol.*, **10**, 245-261.
- Gill C.O. et Penney N., 1982. Bacterial penetration of muscle tissue. *J. Food Sci.*, **47** (2), 690-691.
- Gill C.O. et Penney N., 1990. The effect of storing raw meat under CO₂ on the visible texture of cooked muscle tissue. In : *Proceedings of the 36th ICOMST*, Vol. 1, 232-240.
- Girard J.P., Culioli J., Denoyer C., Berdagué J.L. et Touraille C., 1993. Discrimination de deux populations chez deux espèces de volaille sur la base de leur composition en lipides. *Arch. Gflügelk.*, **57** (1), 9-15.
- Giroux F., 1992. *Conception et réalisation d'un procédé automatisé de déshydratation/Imprégnation par Immersion*. Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.
- Giroux F., Marouzé C., Thaunay P. et Bonicel J.F., 1992. *Dispositif mixte de brassage mécanique-hydraulique pour la DII*. Brevet français n° 92/07221.
- Goldberg M., 1980. Ultrafiltration of effluents from slaughterhouses and brine in the meat industry. *Desalination*, **35**, 303-315.
- Golovkov V.P., Konchakovskii G.A., Shiler G.G., Okinchits M.I. et Ogorodnikov E.N., 1980. Intensification of individual processes in cheese manufacture. In: *Povyshenie Effektivnosti i Kachestva v Syrodelii*, **99**, 8-12.
- Gonzalez-Mendez N., Gros J.B. et Poma J.P., 1983. Mesure et modélisation des phénomènes de diffusion lors du salage de la viande. *Viandes Prod. Carnés*, **4** (1) : 35-49.
- Goodfellow S.J., 1995. Implementation of the HACCP program by meat and poultry slaughterers. In: *HACCP in meat, poultry and fish processing*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Blackie Academic et Professional, London, pp 58-71.
- Gould G.W., Abbe T., Granum P.E. et Jones M.V., 1995. Physiology of food poisoning microorganisms and the major problems in food poisoning control. *Int. J. Food Microbiol.*, **28** (2): 121-128.
- Goupy J.I., 1990. Etude comparative de divers plans d'expériences. *Rev. Statist. Appl.*, **28** (4): 5-44.
- Graham P.P. et Marriott N.G., 1986. Value enhancement of turkey dark meat through restructuring techniques. *Poult. Sci.*, **65** (11), 2056-2064.
- Grau F.H., 1986. Microbial ecology of meat and poultry. In: *Meat and Poultry Microbiology*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), AVI Publishing Company, Westport, Connecticut, USA, 1-48.
- Gray S.D., McDonagh P.F. et Gore R.W., 1983. Comparison of functional and total capillary densities in fast and slow muscles of the chicken. *Pflugers Arch.*, **397** (3): 209-213.
- Gray J.I., Pearson A.M. et Monahan F.J., 1994. Flavor and aroma problems and their measurement in meat, poultry and fish products. In: *Quality attributes and their measurement in meat, poultry and fish products*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Chapman & Hall, Glasgow, 250-288.
- Gros J.B., Dussap C.G. et Brient K., 1996. Prediction of oxygen and carbon dioxide solubilities in liquid foods and biological liquids using a group contribution method. *Sci. Alim.*, **16** (5) : 461-474.
- Guamis B., Trujillo A.J., Ferragut V., Chiralt A., Andres A. et Fito P., 1997. Ripening control of manchego type cheese salted by vacuum impregnation. *Int. Dairy J.*, **7**, 185-192.
- Gudmundsdottir G. et Stefansson G., 1997. Sensory and chemical changes in spice-salted herring as affected by handling. *J. Food Sci.*, **62** (4): 894-897.

- Guérin J., Crouseilles F. et Solignat G., 1985. Salage sous vide du jambon à sécher. *Viandes Prod. Carnés.*, **6** (6), 211-216.
- Guilbert S., Perez A. et Crouzet J., 1990. *Procédé de fabrication de concentré de fruits ou légumes, notamment de tomate*. Brevet français n° 90/04634.
- Guillen M.D. et Ibargoitia M.L., 1996. Volatile components of aqueous liquid smokes from *Vitis vinifera* L Shoots and *Fagus sylvatica* L Wood. *J. Sci. Food Agric.*, **72**, 104-110.
- Hagen B.F., Berdagué J.L., Holck A.L., Naes H. et Blom H., 1996. Bacterial proteinase reduces maturation time of dry fermented sausage. *J. Food. Sci.*, **61** (5), 1024-1029.
- Hale Jr K.K., Cohn D.D. et Stubblefield J.D., 1977. Effects of finishing diet and cure procedures on quality of smoked poultry. *Poult. Sci.*, **56** (1): 211-217.
- Hamm R., 1960. Biochemistry of meat rehydration. *Adv. Food Res.*, **10** : 355-368.
- Haleem M.A., Greechar P., Baliga B.R. et Lahiry N.L., 1970. Some observations on the effects of crude papain on tenderization of poultry meat. *J. Food Sci. Technol.*, **7** (1), 40-41.
- Hamm R., 1960. Biochemistry of meat hydration. *Adv. Food Res.*, **10** : 355-463.
- Hamm D., Searcy G.K. et Klose A.A., 1980. Mineral content and proximate analysis of broiler meat from two strains and three regions of production. *J. Food Sci.*, **45** (6), 1478-1480.
- Handel G.A., Mally T.G. et McManis Jr L.G., 1991. *System for injecting brine and the like into meat items*. Brevet américain n° 5 071 666.
- Hansen R., 1979. Brine-o-matic - Gadan's new automatic brining plant. *Nordeuropaeisk Mejeri-Tidsskrift*, **45** (4), 86-97.
- Hansen P., 1980. Fish preservation methods. In: *Advances in fish science and technology*. Connell J.J. (ed.), Blackwell Scientific Publications Ltd, Londond, UK, 28-34.
- Hanhua L., 1994. Modeling of ultrasound assisted and osmotically induced diffusion in plant tissue. *Dissertation Abstracts International B*, **55** (3).
- Harfouch M., 1990. *Etude expérimentale et modélisation des phénomènes de diffusion et de modification de texture des fromages de type feta conservés en saumure*, Thèse de Doctorat, INPL, France.
- Hart M.R., Huxsoll C.C., Tsai L.S. et Ng K.C., Preliminary studies of microfiltration for food processing water reuse. *J. Food Protec.*, **51** (4), 269-276.
- Hasiak R.J., Chaves J., Sebranek J. et Kraft A.A., 1984. Effect of sodium nitrite and sodium erythorbate on the chemical, sensory, and microbiological properties of water-added turkey ham. *Poult. Sci.*, **63** (7), 1364-1371.
- Hawkes J. et Flink J.M., 1978. Osmotic concentration of fruit slices prior to freeze dehydration. *J. Food Process. Preserv.*, **2**: 265-284.
- Healthy Choice, (Page consultée le 9 avril 1997). *Turkey ham, cured turkey thigh*. [En ligne]. <http://www.healthychoice.com/Meats/html/TurkeyHamcuredTurkeythigh2.htm>.
- Heath J.L. et Owens S.L., 1991. Reducing variation in marinade retained by broiler breasts. *Poult. Sci.*, **70** (1), 160-166.
- Heng W., Guilbert S. et Cuq J.L., 1990. Osmotic dehydration of papaya: influence of process variables on the quality. *Sci. Alim.*, **10**, 831-848.
- Henning W., 1977. *Method for preparing cured raw or cooked meat products having a smoked taste*. Brevet allemand n° 2 528 740.
- Henrion P.N., 1964. Diffusion of sucrose in some three-component aqueous solutions. *Trans. Faraday Soc.*, **60**, 75-82.
- Hermesen E., 1979. Die Vakuum-Pökellung und -Salzung. *Fleischwirt.*, **59** (1), 23-28.

- Hinrichsen L.L., 1993. Virkning af halotolerante bakteriestammer på baconaroma. Licentiatafhandling Report den Kgl. Veterinaer- og Landbohøjskole. Mejeri- og Levnedsmiddelinstituttet/INRA Theix.
- Hinrichsen L.L. et Andersen H.A., 1992. Effects of three bacteria isolated from Danish curing brines in a sterile meat model system. In: 38th ICOMST, vol. 4, Clermont Ferrand, France, 787-790.
- Hinrichsen L.L. et Andersen H.J., 1994. Volatile compounds and chemical changes in cured pork: role of three halotolerant bacteria. *J. Agric. Food Chem.*, **42** (7): 1537-1542.
- Holley R.A., Perry A.J., Wittmann M. et Kwan P., 1988. Survival of *S. aureus* and *S. typhimurium* in raw ripened dry sausages formulated with mechanically separated chicken meat. *Fleischwirtsch.*, **68** (2): 194-201.
- Hood L.F. et Zall R.R., 1980. Recovery, utilization and treatment of seafood processing wastes. In: *Advances in fish Science and Technology*. Fishing News Book, Blackwell Scientific Publications Ltd, London, 355-361.
- Horner W.F.A., 1992. Preservation of fish by curing (drying, salting and smoking). In: *Fish Processing Technology*, ed. G.M. Hall, Chapman et Hall, New York, 31-71.
- Homsey H.C. et Mallows J.H., 1955-b. Beef-curing brines. III. General classification. *J. Sci. Food Agric.*, **6**, 712-715.
- Hsiao C.P. et Siebert K.J., 1999. Modeling the inhibitory effects of organic acids on bacteria. *Int. J. Food Microbiol.*, **47**, 189-201.
- Hsu W.H. et Deng J.C., 1980. Processing of cured mullet roe. *J. Food Sci.*, **45** : 97-104.
- Hubinger M.D. (17 septembre 1999). Re: Your paper on wet and salt drying [Courrier électronique à François Deumier], [En ligne]. Adresse par courrier électronique: francois.deumier@cirad.fr
- Hunter E.A. et Muir D.D., 1991. Statistical approaches to minimising experimentation. *Food Qual. Pref.*, **3**: 109-114.
- Ingram M., 1957. Micro-organisms resisting high concentrations of sugars or salt. In: *Symposium Soc. Gen. Microbiol.*, vol. 7, 90-133.
- Ismail N. et Wooton M., 1992. Fish salting and drying : a review. *Asean Food J.*, **7** (4), 175-183.
- Jackson T.H. et Mohamed B.B., 1971. The shambat process - New development arising from the osmotic dehydration of fruits and vegetables. *Sudan J. Food Sci. Technol.*, **3**, 18-23.
- Jason A.C., 1965. Effects of fat content on diffusion of water in fish muscle. *J. Sci. Food Agric.*, **16** : 281-288.
- Jason A.A.C. et Peters G.R., 1973. Analysis of bimodal diffusion of water in fish muscle. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, **6** : 512-521.
- Javeri H., Toledo R. et Wicker L., 1991. Vacuum infusion of citrus pectinmethylesterase and calcium effects on firmness of peaches. *J. Food Sci.*, **56** (3): 739-742.
- Jeong D.K., Harrison M.A., Frank J.F. et Wicker L., 1992. Trials on the antibacterial effect of glucose oxidase on chicken breast skin and muscle. *J. Food Saf.*, **13** (1): 43-49.
- Jespersen N.T.T. et Riemann H., 1958. The number of salt-tolerant bacteriation in curing brine and on bacon. In: *The Microbiology of Fish and Meat Brines*, B.P. Eddy (ed.), Her Majesty's Stationery Office, London, 177-182.
- Jhaveri S.N., 1984. *Evaluation of processes for recovery of functional proteins from clam processing effluent*. PhD thesis, University of Rhode Island, USA.

- Johansson B., Drake B., Pangborn R.M., Barylko-Pikielna N. et Köster E., 1973. Difference taste thresholds for sodium chloride among young adults: an interlaboratory study. *J. Food Sci.*, **38**: 524-527.
- Johnston R.W., 1983. *Salmonella* in meat and poultry products. *Dairy Food Sanit.*, **3** (11): 415-417.
- Jouve J.L., 1993. *La qualité microbiologique des aliments. Maîtrise et critères*. Polytechnica, Paris.
- Kammerlehner J., 1993. Käsesalzungsverfahren - Minimierung der Natriumchloridverluste. *Deutsche Milchwirtsch.*, **7**: 326-333.
- Katoh K., Nakumara M., 1988. Changes in the characteristics of pork cured in salt-reduced brine. *Jap. J. Zootech. Sci.*, **59** (1), 99-103.
- Katsaras K. et Budras K.D., 1993. The relationship of the microstructure of cooked ham to its properties and quality. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **26** (3): 229-234.
- Katta S.R., Rao D.R., Sunki R. et Chawan C.B., 1991. Effect of gamma irradiation of whole chicken carcasses on bacterial loads and fatty acids. *J. Food Sci.*, **56**: 371-373.
- Keller J.E. et Acton J.C., 1974. Properties of a fermented, semidry turkey sausage during production with lyophilized and frozen concentrates of *Pediococcus cerevisiae*. *J. Food Sci.*, **39** (4): 836-840.
- Kemp J.D., Fox J.D. et Moody W.G., 1974. Cured ham properties as affected by nitrate and nitrite and fresh pork quality. *J. Food Sci.*, **39**, 972-976.
- Kemp J.D. et Fox J.D., 1977. Producing boneless dry-cured hams with different amounts of curing ingredients. *J. Food Sci.*, **42** (6), 1487-1488.
- Kemp S.E. et Beauchamp G.K., 1994. Flavor modification by sodium chloride and monosodium glutamate. *J. Food Sci.*, **59** (3): 682-686.
- Kent M., 1985. Water in fish : its effects on quality and processing. In : *Properties of water in foods*, Simatos D. et Multon J.L. (eds.), Martinus Nijhoff Publishers, Amsterdam, 573-590.
- Khayat Z.A., McCall A.L. et Klip A., 1998. Unique mechanism of GLUT3 glucose transporter regulation by prolonged energy demand : increase protein half-life. *Biochem. J.*, **333** (Pt 3) : 713-718.
- Kijowski J. et Mast M.G., 1993. Tenderization of spent fowl drumsticks by marination in weak organic solutions. *Int. J. Food Sci. Technol.*, **28**: 337-342.
- Kilic B. et Cassens R.G., 1998. Penetration of substances into muscle. *J. Muscle Food*, **9** (2), 91-100.
- Kim M.H. et Toledo R.T., 1987. Effect of osmotic dehydration and high temperature fluidized bed drying on properties of dehydrated rabbiteye blueberries. *J. Food Sci.*, **52** (4), 980-984; 989.
- Kim K.Y., Frank J.F. et Craven S.E., 1996. Three-dimensional visualization of *Salmonella* attachment to poultry skin using confocal scanning laser microbiology. *Lett. Appl. Microbiol.*, **22** (4), 280-282.
- Klaassen L.G.M., 1993. *Device for injecting a piece of meat with a liquid substance such as a brine*. Brevet américain n° 5 176 071.
- Konig J., 1980. What is a vacuum massage system ? *FFIPP*, **July**: 32-33.
- Kotchen T.A. et Kotchen J.M., 1997. Dietary sodium and blood pressure: interactions with other nutrients. *Am. J. Clin. Nutr.*, **65** (2 supp.): 708S-711S.
- Kraegen E.W., Sowden J.A., Halstead M.B., Clark P.W., Rodnick K.J., Chisholm D.J. et James D.E., 1993. Glucose transporters and *in vivo* glucose uptake in skeletal and cardiac muscle : fasting, insulin stimulation and immunoisolation studies of GLUT1 and GLUT4. *Biochem. J.*, **295** (Pt 1) : 287-293.

- Kraft A.A., 1971. Microbiology of poultry products. *J. Milk Food Technol.*, **34** (1), 23-29.
- Krause R.J., Ockerman H.W., Krol B., Moerman P.C. et Plimpton Jr R.F., 1978. Influence of tumbling, tumbling time, trim, and sodium tripolyphosphate on quality and yield of cured hams. *J. Food Sci.*, **43** (3): 853-855.
- Krayer W.D. 1986. A completely new method of cheese salting. *Nordeuropaeisk Mejeritidsskrift*, **8**, 290-291.
- Kroll J. et Peters H., 1987. Ultrafiltration of pickling bath brine. *Nahrung*, **31**, 1033-1035.
- Kuller L.H., 1997. Salt and blood pressure: population and individual perspectives. *Am. J. Hypertens.*, **10** (5): 29S-36S.
- Kurnoth T., Salomon F.V. et Gille U., 1994. Quantitative changes in the capillary supply of selected muscles of turkeys, ducks, rats and swine during postnatal development. *Anat. Histol. Embryol.*, **23** (1): 21-39.
- L**abell F.M., 1981. Pickled foods with less vinegar offer new flavor possibilities. *Food Dev.*, **October**: 22-26.
- Lahav R., 1985. The latest in poultry processing from Israel. *Food Rev.*, **12** (3): 27 et 29.
- Lamuka P.O., Sunki G.R., Rao D.R. et Shackelford L.E., 1992. Bacteriological quality of freshly processed broiler chicken as affected by carcass pretreatment and gamma irradiation. *J. Food Sci.*, **57**: 330-332.
- Larsen J.E., Macneil J.H. et Mast M.G., 1986. Sensory and quality characteristics of poultry frankfurters containing nitrite or sorbate. *Poult. Sci.*, **65** (8), 1542-1546.
- Lawrie R.A., 1985. *Meat science*. Pergamon Press, NY, USA, 267 p.
- Lazarides H. N., Gekas V. et Mavroudis N., 1997. Apparent mass diffusivities in fruit and vegetable tissues undergoing osmotic processing. *J. Food Eng.*, **31** (3): 315-324.
- Leak F.W., Kemp J.D., Langlois B.E. et Fox J.D., 1984. Effect of tumbling and tumbling time on quality and microflora of dry-cured hams. *J. Food Sci.*, **49** (3): 695-698.
- Lee H., Olson N.F. et Lund D.B., 1978. High pressure injection of fluids into cheese. *Process. Biochem.*, **13** (12):14.
- Lee T.G., Williams S.K., Sloan D. et Littell R., 1997. Development and evaluation of a chicken breakfast sausage manufactured with mechanically deboned chicken meat. *Poult. Sci.*, **76** (2), 415-521.
- Leistner L., 1958-a. Bakterielle Vorgänge bei der Pökellung von Fleisch. I. Der Keimgehalt von Pökellaken. *Fleischwirt.*, **2**, 74-78.
- Leistner L., 1958-b. Bakterielle Vorgänge bei der Pökellung von Fleisch. II. Günstige Beeinflussung von Farbe, Aroma und Konservierung des Pökelleisches durch Microorganismen. *Fleischwirt.*, **4**, 226-234.
- Leistner L., 1958-c. Bakterielle Vorgänge bei der Pökellung von Fleisch. III. Die Verderbnis von Pökellaken. *Fleischwirt.*, **8**, 530-536.
- Leistner L. et Gorris L.G.M., 1995. Food preservation by hurdle technology. *Trends Food Sci. Technol.*, **6** (2), 41-46.
- Le Maguer M., 1988. Osmotic dehydration: review and future directions. In: *Progress in Food Preservation Processes*, Vol. 1, CERIA, Brussels, April 12-14, 1988, 283-309.
- Lenart A. et Flink J.M., 1984-a. Osmotic concentration of potato. I. Criteria for the end-point of the osmosis process. *J. Food Technol.*, **19**, 45-63.
- Lenart A. et Flink J.M., 1984-b. Osmotic concentration of potato. II. Spatial distribution of the osmotic effect. *J. Food Technol.*, **19**, 65-89.
- Lenart A. et Lewicki P.P., 1990. Osmotic dehydration of carrot at high temperature. In: *Engineering and Foods*. W.E.L. Spies H. et Schubert (eds.), Elsevier Science Publishers, Amsterdam, 1-10.

- Leoni C, Grischott F. et Fortini G, 1981. Traitement di effluenti specifici dell'industria alimentare particolarmente ricchi di sostanze organiche. *Ind. Conserve*, **56**, 173-177.
- Lerici C.R., Pinnavaia G., Dalla Rosa M. et Bartolucci L., 1985. Osmotic dehydration of fruits : Influence of osmotic agents on drying behaviour and product quality. *J. Food Sci.*, **50**, 1217-1226.
- Leroi F., Arbey N., Joffraud J.J. et Chevalier F., 1996. Effect of inoculation with lactic acid bacteria on extending the shelf-life of vacuum-packed cold smoked salmon. *Int. J. Food Sci. Technol.*, **31** (6), 497-504.
- Lesimple S., 1995. *Optimisation des conditions de conservation par fumaison de produits carnés régionaux*. Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- Lesimple S., Torres L., Mitjavila S., Fernandez Y. et Durand L., 1995. Volatile compounds in processed duck fillet. *J. Food Sci.*, **60** (3), 615-618.
- Li Y., Slavik M.F., Walker J.T. et Xiong H., 1997. Pre-chill spray of chicken carcasses to reduce *Salmonella typhimurium*. *J. Food Sci.*, **62** (3): 605-607.
- Lillard H.S., 1978-a. Improving quality of bird chiller water for recycling by diatomaceous earth filtration and chlorination. *J. Food Sci.*, **43** (5), 1528-1531.
- Lillard H.S., 1978-b. Evaluation of broiler necks flumed with diatomaceous earth filtered chiller water. *J. Food Sci.*, **43** (5), 1532-1534.
- Lillard H.S., 1986. Role of fimbriae and flagella in the attachment of *Salmonella typhimurium* to poultry skin. *J. Food Sci.*, **51** (1), 54-56; 65.
- Lillard H.S. et Thomson J.E., 1983. Efficacy of hydrogen peroxyde as a bactericide in poultry chiller water. *J. Food Sci.*, **48**, 125-126.
- Lillard H.S., 1994. Decontamination of poultry skin by sonication. *Food Technol.*, **48** (12): 72-73.
- Lindemann G., 1994. Understanding vacuum tumbling's versatility. *Meat Process.*, **33** (7): 26-28.
- Lopez-Gallego J.L., 1996. *Machine for the precise salting of fish*. Brevet International n° 96/08975.
- Lozano J.E., Rotstein E. et Urbicain M.J., 1983. Shrinkage, porosity and bulk density of foodstuffs at changing moisture content. *J. Food Sci.*, **48** : 1497-1553.
- Lu L., Brekkan E., Haneskog L., Yang Q. et Lundahl P., 1993. Effects of pH on the activity of the human red cell glucose transporter Glut1 : transport retention chromatography of D-glucose and L-glucose on immobilized Glut1 liposomes. *Biochim. Biophys. Acta*, **1150** (2) : 135-146.
- Lu L., Lundqvist A., Zeng C.M., Lagerquist C. et Lundahl P., 1997. D-glucose, forskolin and cytochalasin B affinities for the glucose transporter Glut1. Study of pH and reconstitution effects by biomembrane affinity chromatography. *J. Chromatogr. A.*, **776** (1) : 81-86.
- Lücke F.K., 1985. Fermented sausages. In: *Microbiology of Fermented Foods*, Wood B.J.B. (ed.), Vol. 2, Elsevier Applied Science, London, 41-83.
- Lund S., Holman G.D., Schmitz O. et Pedersen O., 1995. Contraction stimulates translocation of glucose transporter GLUT4 in skeletal muscle through a mechanism distinct from that of insulin. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, **92** (13) : 5817-5821.
- Lundqvist A. et Lundahl P., 1997. Glucose affinity for the glucose transporter Glut1 in native or reconstituted lipid bilayers. Temperature-dependence study by biomembrane affinity chromatography. *J. Chromatogr. A.*, **776** (1) : 87-91.
- Mac Donald B., Gray J.I., Stanley D.W. et Usborne W.R., 1980-a. Role of nitrite in cured meat flavor : sensory analysis. *J. Food Sci.*, **45** (4) : 885-888, 904.
- Mac Donald B., Gray J.I. et Gibbins L.N., 1980-b. Role of nitrite in cured meat flavor :

- antioxydant role of nitrite. *J. Food Sci.*, **45** (4) : 893-897.
- MacDougall D.B., Mottram D.S. et Rhodes D.N., 1975. Contribution of nitrite and nitrate to the colour and flavour of cured meat. *J. Sci. Food Agric.*, **26** (11) : 1743-1754.
- Madlansacay P.L., Rivera L.S., Aducayen T.R. et Contreras E.S., 1988. A study on the utilization of ducks into some processed products (Philippines). In: *Food Science and Technology in Industrial Development*, Maneepun S., Varangoon P. et Phithakpol B. (eds.), Bangkok (24-26 octobre 1988).
- Magnusson H. et Möller A., 1985. Ropiness in the brine of sugar-salted herring. *Int. J. Food Microbiol.*, **1**, 253-261.
- Mahadeo M. et Tatini S.R., 1994. The potential use of nisin to control *Listeria monocytogenes* in poultry. *Lett. Appl. Microbiol.*, **18** (6), 323-326.
- Mandigo R.W., Thompson T.L. et Weiss G.M., 1977. Commercial accelerated pork processing : Yields of cured ham, bacon and loins. *J. Food Sci.*, **42** (4), 898-899, 923
- Marouzé C., Thaunay P., Giroux F. et Bonicel J.F., 1992. *Dispositif de brassage hydraulique pour la DII*. Brevet français n° 92/07222.
- Marouzé C., Mens F., Rivier M. et Collignan A., 1996. *Procédé et dispositif de déshydratation et/ou d'imprégnation de produits alimentaires par douchage*. Brevet français n° 96/03471.
- Marriott N.G., Graham P.P., Boling J.W. et Collins W.F., 1984. Vacuum tumbling of dry-cured hams. *J. Anim. Sci.*, **58** (6), 1376-1381.
- Marriott N.G., Graham P.P., Shaffer C.K. et Phelps S.K., 1987. Accelerated production of dry cured hams. *Meat Sci.*, **19**, 53-64.
- Marriott N.G., Graham P.P. et Claus J.R., 1992. Accelerated dry curing of pork legs (hams): a review. *J. Muscle Food.*, **3**: 159-168.
- Martinez-Monzo J., Martinez-Navarrete, Chiralt A. et Fito P., 1998. Mechanical and structural changes in apple (Var. Granny Smith) due to vacuum impregnation with cryoprotectants. *J. Food Sci.*, **63** (3): 499-503.
- Mattes R.D., 1997. The taste for salt in humans. *Am. J. Clin. Nutr.*, **65** (2 supp.): 692S-697S.
- Mawson A.J., 1997. Regeneration of cleaning and processing solutions using membrane technologies. *Trends Food Sci. Technol.*, **8** (1), 7-13.
- Maxime D., Valdez-Fragoso A., Giroux F., Collignan A. et Lameloise M.L., 1999. Recyclage de solutions concentrées utilisées dans les procédés de déshydratation osmotique : problématique et exemples. In: *Les produits alimentaires et l'eau. L'eau dans l'aliments. l'eau matière première. Xièmes rencontres scientifiques et technologiques des industries alimentaires*, AGORAL 99, Lavoisier, Paris, 461-466.
- McCarron D.A., 1997. Role of adequate dietary calcium intake in the prevention and management of salt-sensitive hypertension. *Am. J. Clin. Nutr.*, **65** (2 supp.): 712S-716S.
- McGuire R.G. et Kelman A., 1984. Reduced severity of *Erwinia* soft rot in potato tubers with increased calcium content. *Phytopathol.*, **74** (10): 1250-1256.
- McLay R., 1972. *Marinades*. Advisory Note n° 56, Torry Station, Aberdeen, 3-10.
- McMahon R.J. et Frost S.C., 1995. Nutrient control of GLUT1 processing and turnover in 3T3-L1 adipocytes. *J. Biol. Chem.*, **270** (20) : 12094-12099.
- Mead G.C., 1989. Hygiene problems and control of process contamination. In: *Processing of Poultry*, Mead G.C. (ed.), Elsevier Science, London, 183-220.
- Medina-Vivanco M., Sobral P.J.A. et Hubinger M.D., 1998. Mass transfer during dewatering and salting of tilapia for different volume brine to fillets ratios. In: *Drying'98*, Vol. A, 852-859.
- Merin U., Gordin S. et Tanny G.B., 1983. Microfiltration of cheese brine. *J. Dairy Research*, **50**, 503-509.

- Messens W., Van Camp J. et Huyghebaert A., 1997. The use of high pressure to modify the functionality of food proteins. *Trends Food Sci. Technol.*, **8** (4) : 107-112.
- Messens W., Dewettinck K., Van Camp J. et Huyghebaert A., 1998. High pressure brining of gouda cheese and its effect on the cheese serum. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **31** (6) : 552-558.
- Mitumoto M., Cassens R.G., Schaefer D.M., Arnold R.N. et Scheller K.K., 1991. Improvement of color and lipid stability in beef *longissimus* with dietary vitamin E and vitamin C dip treatment. *J. Food Sci.*, **56** (6) : 1489-1492.
- Mittal G.S. et Barbut S., 1989. Effects of salt reduction on the rheological and gelation properties of white and dark poultry meat batters. *J. Texture Stud.*, **20**, 209-222.
- Moran Jr E.T., 1992. Injecting fats into breast meat of turkey carcasses differing in finish and retention after cooking. *J. Food Sci.*, **57** (5), 1071-1074, 1111.
- Moreau B., 1998. L'envol de la charcuterie de volaille en GMS. *Filières Avicoles*, **602**: 173-174.
- Morgan A.I., Goldberg N., Radewonuk E.R. et Scullen O.J., 1996. Surface pasteurization of raw poultry meat by steam. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **29** (5/6), 447-451.
- Morris T.R., 1989. The place of the turkey in the animal industry of the future. In: *Recent Advances in Turkey Science*, Nixey C. et Grey T.C. (eds.), Butterworths, London, 351-355.
- Moskowitz H.R., 1995-a. One practitioner's overview to applied product optimization. *Food Qual. Pref.*, **6**: 75-81.
- Moskowitz H.R., 1995-b. Food quality: conceptual and sensory aspects. *Food Qual. Pref.* **6**: 157-162.
- Mossel D.A.A. et van Netten P., 1989. Poultry and eggs as a microbiological hazard. *Lett. Appl. Microbiol.*, **9** (6), 207-209.
- Motilva M.J. et Toldra F., 1993. Effect of curing agents and water activity on pork muscle and adipose subcutaneous tissue lipolytic activity. *Z. Lebensm. Unters Forsch.*, **193** (3), 228-232.
- Mottram D.S., Croft S.E. et Patterson R.L.S., 1984. Volatile components of cured and uncured prok : the role pf nitrite and the formation of nitrogen compounds. *J. Sci. Food Agric.*, **35** (2) : 233-239.
- Mountney G.J. et Parkhurst C.R., 1995. *Poultry products technology*. Food products Press, London, UK, 446 p.
- Moutonet M., Roux C. et Mourgues J., 1991. Déshydratation osmotique du raisin destiné à la vinification. *Rev. Franç. Oenol.*, **31** (128), 39-43.
- Moy J.H., Lau N.B.H. et Dollar A.M., 1978. Effects of sucrose and acids on osmotic dehydration of tropical fruits, *J. Food Proc. Pres.*, **2**, 131-135.
- Muguruma M., Katayama K., Nakamura M. et Yamaguchi M., 1987. Low temperature osmotic dehydration improves the quality of intermediate moisture meats. *Meat Sci.*, **21** (2), 99-110.
- Mujaffar S. et Sankat C.K., 1998. The osmotic dehydration of shark fillets. In : *Drying '98*, Vol. A : 911-921.
- Murray J., 1988. Absorption of benzoic and sorbic acids by herring and prawns in marinades. *Int. J. Food Sci. Technol.*, **23**, 171-175.
- Muzzarelli G., 1984. *Apparatus for the dry salting of curd for cheese production*. Brevet américain n° 4 448 116.
- N**aes H., Holck A.L., Axelsson L., Andersen H.J. et Blom H., 1995. Accelerated ripening of dry fermented sausage by addition of a *Lactobacillus* proteinase. *Int. J. Food Sci. Technol.*, **29** (6), 651-659.

- Narayanaswamy D., Narasimharao C.V. et Govindan T.K., 1980. Penetration of sodium chloride during prolonged salting of fish. *Fish. Technol.*, **17** : 63-71.
- Nazarova A., 1972. Reduction of nitrite content of pasteurized tinned hams. *Myasnaya Industriya SSR*, **43** (7), 16-19.
- Ngoka D.A., Froning G.W., Lowry S.R. et Babji A.S., 1982. Effects of sex, age, preslaughter factors, and holding conditions on the quality characteristics and chemical composition of turkey breast muscles. *Poult. Sci.*, **61** (10), 1996-2003.
- Nicolaidis S., 1992. Quelques mécanismes des préférences alimentaires. In: *Plaisir et préférences alimentaires*, Giachetti I. (ed.), Polytechnica, Paris, 77-88.
- Nicolas C., Barros A.S., Rutledge D.N., Hossenlopp J., Trystram G. et Ermonet C., 1998. Detecting information in gas sensor responses using analysis of variance. *Analysis*, **26**, 135-141.
- Noel P., Briand E. et Dumont, J. P., 1990. Role of nitrite in flavour development in uncooked cured meat products: sensory assessment. *Meat Sci.*, **28** (1) : 1-8.
- Oblinger J.L., Janky D.M. et Koburger J.A., 1977. Effect of brining and cooking procedure on tenderness of spent hens. *J. Food Sci.*, **42** (5), 1347-1348.
- O'Boyle A.R., Aladin-Kassam N., Rubin L.J. et Diosady L.L., 1992. Encapsulated cured-meat pigments and its application in nitrite-free ham. *J. Food Sci.*, **57** (4): 807-812.
- Ockerman H.W., Plimpton Jr R.F., Cahill V.R. et Parrett N.A., 1978. Influence of short term tumbling, salt and phosphate on cured canned pork. *J. Food Sci.*, **43** (3): 878-881
- Ockerman H.W. et Dowiercial R., 1980. Influence of tumbling and electrical stimulation on distribution and content of sodium nitrite and sodium chloride in bacon. *J. Food Sci.*, **45** (5): 1301-1304.
- Offer G. et Trinick J., 1983. On the mechanism of water holding in meat : the swelling and shrinking of myofibrils. *Meat Sci.*, **8** : 245-281.
- Ohlsson T., 1994. Minimal processing-preservation methods of the future: an overview. *Trends Food Sci. Technol.*, **5** (11), 341-345.
- Olson V.M., King N.A., Langbehn J.A. et Stadelman W.J., 1979. Acceptability of smoked turkey drumsticks with and without nitrite addition. *Poult. Sci.*, **58** (3), 587-590.
- Omolosho D.A., 1982. *La déshydratation de la viande. Contribution à l'étude des aspects microbiologiques et technologiques*. Thèse de Doctorat de l'Université Clermont-Ferrand II.
- Oreskovich D.C., Bechtel P.J., McKeith F.K., Novakofski J. et Basgall E.J., 1992. Marinade pH affects textural properties of beef. *J. Food Sci.*, **57** (2), 305-311.
- Palomar L.S. et Arganosa F.C., 1979. Smoked products from duck meat. *Ann. Trop. Res.*, **1** (2): 98-103.
- Palomar L.S., 1980. Acceptability of cured duck meat using a new method. *Ann. Trop. Res.*, **2** (2): 65-71.
- Pantaléon J., Cazaillat M. et Rosset R., 1958. Recherche du comportement de quelques germes pathogènes au cours de la salaison des viandes. In: *The Microbiology of Fish and Meat Brines*, B.P. Eddy (ed.), Her Majesty's Stationery Office, London, 295-297.
- Paquin J., 1988. Valeur nutritionnelle des viandes de volailles. *L'Aviculture Française. Informations Techniques des Services Vétérinaires*, **100 à 103**, Rosset (ed.), 743-748.
- Parker R.G., 1989. *Method for salting meat*. Brevet américain n° 4 871 561.
- Parolari G., 1996. Review: Achievements, needs and perspectives in dry-cured ham technology: the exemple of Parma ham. *Food Sci. Technol. Int.*, **2** (2), 69-78.

- Paulson D.J., Wilson R.L. et Spatz D.D., 1984. Crossflow membrane technology and its applications. *Food Technol.*, **38**, 77-87.
- Pearson A.M. et Tauber F.W., 1984. *Processed meats*. AVI Publishing Company, Westport, Connecticut, USA.
- Perdersen J.K., 1974. Carrageenan : Functional properties and application in food. *Cereal Sci. Today*, **19** (10), 741-746.
- Pedersen P.J., 1992. Microfiltration for the reduction of bacteria in milk and brine. *Int. Bull. of Dairy Feder.*, **1**, 33-50.
- Peschet J.L et Giacalone A. 1991. Un nouveau concept en analyse des sucres : La chromatographie ionique couplée à l'ampérométrie pulsée. *Ind. Agric. Alim.*, **108**, 583-586.
- Petäjä E., Laine J.J. et Niinivaara F.P., 1972. Starterkulturen bei der Pökellung von Fleisch. *Fleischwirt.*, **7**, 839-842.
- Pilkington D.H. et Allen J.C., 1994. Substitution of potassium chloride for sodium chloride in commercially-produced dry-cured hams. *J. Food Prot.*, **57**: 792.
- Pinedo R., Pilkington D. et Foegeding P.M., 1987. KCl in dry cured hams: effect on trichinae devitalization and chemical and physical properties. *J. Food Sci.*, **53** (3), 554-557, 563.
- Pingel H. et Knist U., 1993. Review on duck meat quality. In: *11ème Symposium sur la qualité de la viande de volaille*, Colin P., Culioli J. et Ricard F.H. (eds.), 4-8 Octobre 1993, Tours, 26-38.
- Plimpton Jr R.F., Perkins C.J., Sefton T.L., Cahill V.R. et Ockerman H.W., 1991. Rigor condition, tumbling and salt level influence on physical, chemical and quality characteristics of cured, boneless hams. *J. Food Sci.*, **56** (6): 1514-1518.
- Ponting J.D., Watters G.G., Forrey R.R., Jackson R. et Stanley W.L., 1966. Osmotic dehydration of fruits. *Food Technol.*, **20**, 1365-1368.
- Ponting J.D. et Jackson R., 1972. Pre-freezing processing of golden delicious apple slices. *J. Food Sci.*, **37** (6): 812-814.
- Ponting J.D., 1973. Osmotic dehydration of fruits-Recent modifications and applications. *Process Biochem.*, **8**, 18-20.
- Poovaiah B.W., 1986. Role of calcium in prolonging storage life of fruits and vegetables. *Food Technol.*, **40** (5): 86-89.
- Prescott J. et Bell G., 1995. Cross-cultural determinants of food acceptability: recent research on sensory perceptions and preferences. *Trends Food Sci. Technol.*, **6** (5): 201-205.
- Preuss H.G., 1997. Diet, genetics and hypertension. *J. Am. Coll. Nutr.*, **16** (4): 296-305.
- Price R.J., 1995. HACCP for delicatessens and meat, poultry and seafood retailers. In: *HACCP in meat, poultry and fish processing*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Blackie Academic et Professional, London, pp 182-229.
- Prosenbauer O., 1989. *Device for intensifying the penetration of treating liquid into meat products*. Brevet International n° 89/11224.
- Prusa K.J., Chambers IV E., Bowers J.A., Cunningham F. et Dayton A.D., 1981. Thiamin content, texture, and sensory evaluation of postmortem papain-injected chicken. *J. Food. Sci.*, **46** (6), 1684-1686.
- Pszczola D.E., 1997. Salty development in food. *Food Technol.*, **51** (10): 79-83.
- Purslow P.P., 1985. The physical basis of meat texture : observations on the fracture behaviour of cooked *m. semitendinosus*. *Meat Sci.*, **12** : 39-60.
- Puttarajappa P., Nair K.K.S. et Narasimha Rao D., 1997. Studies on shelf-stable chicken pickle. *J. Food Sci. Technol.*, **33** (6): 501-502.

- Qi H., Le Maguer M. et Sharma S.K., 1998. Design and selection of processing condition of a scale contactor for continuous osmotic dehydration of carrots. *J. Food Process. Eng.*, **21** (1) : 75-88.
- Rabot C., Rousseau F., Dumont J.P., Remignon H. et Gandemer G., 1996. Poulets de chair: effets respectifs de l'âge et du poids d'abattage sur les caractéristiques lipidiques et sensorielles des muscles. *Viand. prod. Carn.*, **17** (1), 17-22.
- Raese W., 1997. Duck - High prestige but low awareness. *Forum Internet Food-Forthought*, 17 Février 1997, Wye College.
- Rahman M.S. et Lamb J., 1990. Osmotic dehydration of pineapple. *J. Food Sci. Technol.*, **27** (3), 150-152.
- Rahman S., 1995. *Food Properties Handbook*. CRC Press, NY, 500 p.
- Raison M. (Page consultée le 2 février 1997). *La filière française de viande de volaille*. [En ligne]. <http://www.mhr-viandes.com>
- Rao M.V. et Gault N.F.S., 1990. Acetic acid marinading - The rheological characteristics of some raw and cooked beef muscles which contribute to changes in meat tenderness. *J. Texture Studies*, **21**: 455-477.
- Raoult-Wack A.L., 1991. *Les procédés de déshydratation-Imprégnation par Immersion dans des solutions concentrées (DII). Etude expérimentale et modélisation des transferts d'eau et de soluté sur gel modèle*. Thèse de Doctorat, Université Montpellier II.
- Raoult-Wack A.L., Guilbert S., Le Maguer M. et Rios G., 1991-a. Simultaneous water and solute transport in shrinking media - Part 1: application to dewatering and impregnation soaking process analysis (osmotic dehydration). *Drying Technol.*, **9** (3), 589-612.
- Raoult-Wack A.L., Guilbert S., Le Maguer M. et Rios G., 1991-b. Simultaneous water and solute transport in shrinking media - Part 2: a compartmental model for the control of dewatering and impregnation soaking process. *Drying Technol.*, **9** (3), 613-630.
- Raoult-Wack A.L., Guilbert S., Le Maguer M. et Rios G., 1991-c. Simultaneous water and solute transport in shrinking media - Part 3: a tentative analysis of the spatial distribution of the impregnation solute in the model gel. *Drying Technol.*, **9** (3), 630-642.
- Raoult-Wack A.L., Guilbert S. et Lenart A., 1992. Recent advances in drying through immersion in concentrated solutions. In: *Drying of Solids*, A.S. Mujumdar (ed.), International Science Publisher, New York, 21-51.
- Raoult-Wack A.L., 1994. Recent advances in the osmotic dehydration of foods. *Trends Food Sci. Technol.*, **5** (7), 255-260.
- Raoult-Wack A.L., Rios G., Saurel R., Giroux F. et Guilbert S., 1994. Modeling of dewatering and impregnation soaking process (osmotic dehydration). *Food Res. Int.*, **27**: 207-209.
- Rastogi N.K. et Raghavarao K.S.M.S., 1994. Effect of temperature and concentration on osmotic dehydration of coconut. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **27**, 564-567.
- Rastogi N.K. et Raghavarao K.S.M.S., 1996. Kinetic of osmotic dehydration under vacuum. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **29** (7): 669-672.
- Ravesi E.M. et Krzynowek J., 1991. Variability of salt absorption by brine dipped fillets of cod (*Gadus morhua*), Blackback flounder (*Pseudopleuronectes americanus*), and ocean perch (*Sebastes marinus*). *J. Food Sci.*, **56** (3), 648-652.
- Reay G.A., 1936. The salt curing of herring. *J. Soc. Chem. Ind.*, **October 30**, 309-315.
- Reddy K.P. et Rao B.E., 1997-a. Influence of pickling formulation and storage on the quality of chicken cut-up parts. *J. Food Sci. Technol.*, **34** (5): 431-433.

- Reddy K.P. et Rao B.E., 1997-b. Influence of binders and refrigerated storage on certain quality characteristics of chicken and duck meat patties. *J. Food Sci. Technol.*, **34** (5): 446-449.
- Reinfelds G. et Gosting L.J., 1964. Measurements of isothermal diffusion at 25 °C with the Gouy diffusimeter on the system water-sucrose-potassium chloride. *J. Phys. Chem.*, **68**, 2464-2470.
- Reisin E., 1997. Nonpharmacologic approaches to hypertension. Weight, sodium, alcohol, exercise, and tobacco considerations. *Med. Clin. North. Am.*, **81** (6): 1289-1303.
- Reyes-Cano R., Dorantes-Alvarez L., Hernadez-Sanchez H. et Gutierrez-Lopez F., 1995. Biochemical changes in an intermediate moisture cecina-like meat during storage. *Meat Sci.*, **40**, 387-395.
- Riberolles A. et Meudec J.Y., 1991. *Filtration d'une saumure dynamique à l'aide d'un saumofiltre IMECA*. Rapport d'Etude, Société Fromagère de l'Ouest (Yffiniac).
- Riberolles A., 1992. Des saumures limpides et propres pour l'emmental. *Parlons Technologie*, **VI**, 33-35 (Publication interne de l'Institut Technique du Gruyère - Journées Technologiques La-Roche-Sur-Foron, 27-28 janvier 1992).
- Ricard F.H., 1984. Relations entre différents dépôts gras et éléments de peau chez le poulet. *Ann. Zootechn.*, **33** (2), 149-160.
- Richardson R.I., 1989. Further processing of turkey meat. In: *Recent Advances in Turkey Science*, 21th Poultry Science Symposium, Butterworths, Boston.
- Rico E., Toldra F. et Flores J., 1990. Activity of cathepsin D as affected by chemical and physical dry-curing parameters. *Z. Lebensm. Unters Forsch.*, **191** (1), 20-23.
- Rico E., Toldra F. et Flores J., 1991. Effet of dry-curing process parameters on pork muscle cathepsin B, H and L activity. *Z. Lebensm. Unters Forsch.*, **193** (6), 541-544.
- Robinson R.A. et Stockes R.H., 1959. *Electrolyte solutions*. Butterworths, London, 559 p.
- Roca M. et Incze K., 1990. Fermented sausages. *Food Rev. Int.*, **6** (1), 91-118.
- Rodger G., Hastings R., Cryne C. et Bailey J., 1984. Diffusion properties of salt and acetic acid into herring and their subsequent effect on the muscle tissue. *J. Food Sci.*, **49**, 714-720.
- Rosell C.M. et Toldra F., 1996. Effect of curing agents on m-calpain activity throughout the curing process. *Z. Lebensm. Unters Forsch.*, **203** (4), 320-325.
- Roy D., Johannsson E., Bonen A. et Marette A., 1997. Electrical stimulation induces fiber type-specific translocation of GLUT-4 to T tubules in skeletal muscle. *Am. J. Physiol.*, **273** (4 Pt 1) : E688-E694.
- Sabadini E., Carvalho B.C., Sobral P.J. et Hubinger M.D., 1998. Mass transfer and diffusion coefficient determination in the wet and dry salting of meat. *Drying Technol.*, **16** (9-10): 2095-2115.
- Sainclivier M., 1983. *L'industrie alimentaire halieutique. Premier volume: le poisson matière première*. Bulletin Scientifique et Technique de l'Ecole Nationale Supérieure Agronomique et du Centre de Recherches de Rennes, Sciences Agronomiques Rennes, Rennes, France.
- Sainclivier M., 1985. *L'industrie alimentaire halieutique. Tome 2 - Des techniques ancestrales à leurs réalisations contemporaines - Salage, Séchage, Fumage, Marinage, Hydrolysats*. Bulletin Scientifique et Technique de l'Ecole Nationale Supérieure Agronomique et du Centre de Recherches de Rennes, Sciences Agronomiques Rennes, Rennes, France.
- Sainclivier M., 1993. *L'industrie alimentaire halieutique. Tome 4 - Le conservation par des moyens physiques - Troisième partie - L'utilisation du froid*. Bulletin Scientifique et

- Technique de l'Ecole Nationale Supérieure Agronomique et du Centre de Recherches de Rennes, Sciences Agronomiques Rennes, Rennes, France.
- Sakov D.A., 1981. *Device for preparation and regeneration of brine*. Brevet soviétique n° 888 902.
- Sales C.A., Bowers J.A. et Kropf D., 1980. Consumer acceptability of turkey frankfurters with 0, 40, and 100 ppm nitrite. *J. Food Sci.*, **45** (4), 1060-1061.
- Salichon M.R., Leclerc B., Rémignon H., Marché G. et Blum J.C., 1993. Composition biochimique des filets de canard de Barbarie. In: *11ème Symposium sur la qualité de la viande de volaille*, Colin P., Culioli J. et Ricard F.H. (eds.), 4-8 Octobre 1993, Tours, 368-371.
- Salvat G. et Colin P., 1995. L'application de la méthode HACCP dans les abattoirs de volailles. *Viand. Prod. Carn.*, **16** (6), 212-222.
- Sanchez E.S., Simal S., Femenia A., Benedito J. et Rosselo C., 1999. Influence of ultrasounds on mass transport during cheese brining. *Eur. Food Res. Technol.*, **209** (3-4) : 215-219.
- Sanderson K., McMeekin T.A., Indriati N., Anggawati A.M. et Sudrajat Y., 1988. Taxonomy of halophilic and halotolerant bacteria from indonesian fish and brine samples. *Asean J. Food Sci.*, **4** (1), 31-37.
- Sano Y. et Yamamoto S., 1993. Mutual diffusion coefficient of aqueous sugar solutions. *J. Chem. Eng. Japan*, **26** (6), 633-636.
- Santos M.L.S. et Booth D.A., 1996. Influences on meat avoidance among british students. *Appetite*, **27** (3), 197-205.
- Sapers G.M., Garzarella L. et Pilizota V., 1990. Application of browning inhibitors to cut apple and potato by vacuum and pressure infiltration. *J. Food Sci.*, **55** (4): 1049-1053.
- Saporta G., 1990. *Probabilités, analyse des données et statistique*. Technip, Paris, 493 p.
- Sargeant R.J. et Paquet M.R., 1993. Effect of insulin on the rates of synthesis and degradation of GLUT1 and GLUT4 glucose transporters in 3T3-L1 adipocytes. *Biochem. J.*, **290** (Pt 3) : 913-919.
- Saurel R., 1993. *Contribution à l'étude des transferts de matière en déshydratation-imprégnation par immersion (DII) de produits biologiques*. Thèse de Doctorat, Université Montpellier II.
- Saurel R., Raoult-Wack A.L., Rios G. et Guilbert G., 1994-a. Mass transfer phenomena during osmotic dehydration of apple. I. Fresh plant tissue. *Int. J. Food Sci. Technol.*, **29**, 531-542.
- Saurel R., Raoult-Wack A.L., Rios G. et Guilbert G., 1994-b. Mass transfer phenomena during osmotic dehydration of apple. II. Frozen plant tissue. *Int. J. Food Sci. Technol.*, **29**, 543-550.
- Schmidt G.R., 1986. Processing and fabrication. In: *Muscle as Food*, Bechtel P.J. (ed.), Academic Press, NY, USA, 201-238.
- Seiler H. et Busse M., 1990. The yeasts of cheese brines. *Int. J. Food Microbiol.*, **11**, 289-304.
- Seki T., Kawasaki Y., Tamura M., Tada M. et Okai H., 1990. Further study on the salty peptide ornithyl-b-alanine. Some effects of pH and additive ions on the saltiness. *J. Agric. Food Chem.*, **38** (1): 25-29.
- Sen N.P., Baddoo P.A. et Seaman S.W., 1993. Studies on the occurrence and formation of 2-(hydroxymethyl)-N-nitrosothiazolidine-4-carboxylic acid (HMNTCA) and 2-(hydroxymethyl)-N-nitrosothiazolidine (HMNTHZ) in various cured smoked meats, fish and cheese. *J. Sci. Food Agric.*, **61** (3), 353-356.
- Sen N.P. et Baddoo P.A., 1997. Trends in the levels of residual nitrite in canadian cured meat products over the past 25 years. *J. Agric. Food Chem.*, **45** (12): 4714-4718.

- Serdaroglu M., Tomek S.O. et Bulgay A., 1992. The effect of using sorbic acid on the shelf life of chilled turkey meat. In: *Proceedings of the 38th International Congress of Meat Science and Technology*, Vol. 4, August 23-28, Clermont-Ferrand, France, 743-746.
- Setiawan I., Auvergne A., Babilé R., Bouillier-Oudot M. et Babérian R., 1993. Incidence de facteurs zootechniques sur la qualité du magret séché et la composition du muscle pectoral de canards mulards gavés. In: *11^{ème} Symposium Européen sur la Qualité de la Viande de Volaille*, Tours, France (4-8 Octobre 1993).
- Shahidi F., 1991. Developing alternative meat-curing systems. *Trends Food Sci. Technol.*, **2** (9): 219-222.
- Shahidi F., Pegg R.B. et Sen N.P., 1994. Absence of volatile N-nitrosamines in cooked nitrite-free cured muscle foods. *Meat Sci.*, **37**, 327-336.
- Shaw B.G. et Harding C.D., 1978. The effect of nitrate and nitrite on the microbial flora of Wiltshire bacon after maturation and vacuum-packed storage. *J. Appl. Bact.*, **45** (1): 39-47.
- Sheldon B.W., Ball H.R. et Kimsey Jr H.R., 1982. A comparison of curing practices and sodium nitrite levels on the chemical and sensory properties of smoked turkey. *Poult. Sci.*, **61** (4), 710-715.
- Sheldon B.W. et Brown A.L., 1986. Efficacy of ozone as a disinfectant for poultry carcasses and chill water. *J. Food Sci.*, **51** (2), 305-309
- Shi X.Q. et Fito Maupey P., 1993. Vacuum osmotic dehydration of fruits. *Drying Technol.*, **11** (6), 1429-1442.
- Shi X.Q. et Fito Maupey P., 1994. Mass transfer in vacuum osmotic dehydration of fruits: a mathematical model approach. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **27** (1), 67-72.
- Shi X.Q., Fito P. et Chiralt A., 1995. Influence of vacuum treatment on mass transfer during osmotic dehydration of fruits. *Food Res. Int.*, **28** (5): 445-454.
- Shi X.Q., Chiralt A., Fito P., Serra J., Escoin C. et Gasque L., 1996. Application of osmotic dehydration technology on jam processing. *Drying Technol.*, **14** (3-4): 841-857.
- Shiler G.G., 1974. *Method of brining cheese*. Brevet soviétique n° 454 018.
- Shiler G.G. et Okinchits M.I., 1978. *Equipment for brining cheese*. Brevet soviétique n° SU 621 330.
- Shults G.W. et Wierbicki E., 1973. Effects of sodium chloride and condensed phosphates on the water-holding capacity, pH and swelling of chicken muscle. *J. Food Sci.*, **38** (6): 991-994.
- Siegel D.G., Theno D.M. et Schmidt G.R., 1978-a. Meat massaging: the effect of salt, phosphate and massaging on the presence of specific skeletal muscle proteins in the exudate of a sectioned and formed ham. *J. Food Sci.*, **43** (2): 327-330.
- Siegel D.G., Theno D.M. et Schmidt G.R., 1978-b. Meat massaging: the effect of salt, phosphate and massaging on cooking loss, binding strength and exudate composition in sectioned and formed ham. *J. Food Sci.*, **43** (2): 331-333.
- Simal S., Benedito J., Sanchez E.S. et Rosselo C., 1998. Use of ultrasound to increase mass transport rates during osmotic dehydration. *J. Food Eng.*, **36** (3): 323-336.
- Simidu W., Mochizuki A., Simidu U. et Aiso K., 1967. Studies of Kusaya - I. Chemical composition and preserving effect of the curing brine for Kusaya. *Bull. Jap. Soc. Scientif. Fisheries*, **33** (12), 1143-1146.
- Simidu U., Aiso K., Simidu W. et Mochizuki A., 1969. Studies of Kusaya - II. Microbiological examination of a Kusaya brine. *Bull. Jap. Soc. Scientif. Fisheries*, **35** (1), 109-115.
- Slabyj B.M., Maloy T., Cook W.P. et Pisser J.A., 1987. Effect of brining and canning on salt uptake and retention by herring (*Clupea harengus*) examined using four analytical methods. *J. Food Prot.*, **50** (7) : 602-613.

- Smith D.P., Fletcher D.L., Buhr R.J. et Beyer R.S., 1993. Pekin duckling and broiler chicken Pectoralis muscle structure and composition. *Poult. Sci.*, **72** (1), 202-208.
- Snyder G.K., 1995. Capillary growth in chick skeletal muscle with normal maturation and hypertrophy. *Respir. Physiol.*, **102** (2-3): 293-301.
- Sofos J.N. et Busta F.F., 1980. Alternatives to the use of nitrite as an antibotulinal agent. *Food Technol.*, **34** (5): 244-251.
- Sofos J.N., 1994. Microbial growth and its control in meat, poultry and fish. In: *Quality attributes and their measurement in meat, poultry and fish products*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Chapman & Hall, Glasgow, 359-403.
- Solomon L.W., Norton H.W. et Schmidt G.R., 1980. Effect of vacuum and rigor condition on cure absorption in tumbled porcine muscles. *J. Food Sci.*, **45**, 438-440.
- Soncini A., 1985. *Machine à distribution différenciée pour le salage des jambons crus en général*. Brevet français n° 2 556 182.
- Spiess W.E.L. et Behnlian D., 1998. Osmotic treatments in food processing. Current state and future needs. In : *Drying '98*, Vol. A : 47-56.
- Staessen J.A., Lijnen P., Thijs L. et Fagard R., 1997. Salt and blood pressure in community-based intervention trials. *Am. J. Clin. Nutr.*, **65** (2 supp.): 661S-670S.
- Stubblefield J.D. et Hale Jr K.K., 1977. Curing procedures for smoked chicken. *Poult. Sci.*, **56** (4), 1134-1139.
- Stubblefield J.D., Hale Jr K.K. et Ware G.O., 1977. Determination of optimum brine curing procedures for smoked chicken. *J. Food Sci.*, **42** (5), 1349-1352.
- Suaudeau H., 1994. Dossier Volaille. *Produits Frais*, **24**: 67, 86-96.
- Suderman, D.R., Dixon J.L. et Galyean R.D., 1988. High quality « turkey Canadian bacon » developed by Griffith Laboratories. *Turkey World*, **64** (5): 2430.
- Taylor R.B., 1940. *Purification of refrigerant*. Brevet américain n° 275,701.
- Taylor A.A., Shaw B.G. et Jolley P.D., 1980. A modern dry-salting process for Wiltshire bacon. *J. Food Technol.*, **15**, 301-310.
- Tellefson C.S. et Bowers J.A., 1981. Effect of ascorbate and nitrite concentrations in turkey frankfurter-type products. *Poult. Sci.*, **60** (3), 579-583.
- Terré E., Le Graët Y., Brulé G. et Maubois J.L., 1985. Etude du transfert des solutés des fromages à pâte molle dans les saumures. Intérêt du traitement par ultrafiltration sur membrane. *La Technique Laitière*, **997**, 39-47.
- Theiler R.F., Sato K., Aspelund T.G. et Miller A.F., 1981. Model system studies on N-nitrosamine formation in cured meats: the effect of curing solution ingredients. *J. Food Sci.*, **46** (4), 996-998.
- Theno D.M., Siegel D.G. et Schmidt G.R., 1978-a. Meat massaging: effects of salt and phosphate on the ultrastructure of cured porcine muscle. *J. Food Sci.*, **43** (2): 488-492.
- Theno D.M., Siegel D.G. et Schmidt G.R., 1978-b. Meat massaging: effects of salt and phosphate on the microstructural composition of the muscle exudate. *J. Food Sci.*, **43** (2): 483-487.
- Theno D.M., Siegel D.G. et Schmidt G.R., 1978-c. Meat massaging: effects of salt and phosphate on the microstructure of binding junctions in sectioned and formed hams. *J. Food Sci.*, **43** (2): 493-498.
- Thirot P.H., 1981. *Procédé et dispositif pour la préparation de saucisson ou assimilé, par saumurage statique à sec, ou peu d'humidité, sous vide continu*. Brevet Français n° 2 516 752.
- Thomas C.J. et McMeekin T.A., 1981. Attachment of *Salmonella spp.* to chicken muscle surface. *Appl. Environ. Microbiol.*, **42** (1): 130-134.

- Thomson J.E., Cox N.A. et Bailey J.S., 1977. Control of *Salmonella* and extension of shelf-life of broiler carcasses with a glutaraldehyde product. *J. Food Sci.*, **42** (5): 1353-1355.
- Toldra F., Flores M. et Sanz Y., 1997. Dry-cured ham flavour : enzymatic generation and process influence. *Food Chem.*, **59** (4), 523-530.
- Toldra F. et Flores M., 1998. The role of muscle proteases and lipases in flavor development during the processing of dry-cured ham. *Crit. Rev. Food Sci.*, **38** (4), 331-352.
- Toma et Meyers, 1975. Isolation and chemical evaluation of protein from shrimp cannery effluent. *J. Agric. Food Chem.*, **23**, (4), 632-635.
- Tompkin R.B., 1980. Botulism from meat and poultry products - A historical perspective. *Food Technol.*, **34** (5): 229-257.
- Tompkin R.B., 1995. The use of HACCP for producing and distributing processed meat and poultry products. In: *HACCP in meat, poultry and fish processing*, Pearson A.M. et Dutson T.R. (eds.), Blackie Academic et Professional, London, pp 72-108.
- Torreggiani D., Forni E. et Rizzolo A., 1987. Osmotic dehydration of fruit. Part 2: Influence of the osmosis time on the stability of processed cherries. *J. Food Proc. Pres.*, **12**, 27-44.
- Torreggiani D., 1993. Osmotic dehydration in fruit and vegetables processing. *Food Res. Int.*, **26**, 59-68.
- Torres E.A.F.S., Shimokomaki M., Franco B.D.G.M. et Landgraf M., 1994. Parameters determining the quality of charqui, an intermediate moisture meat product. *Meat Sci.*, **38**, 229-234.
- Townsend W.E. et Olson D.G., 1987. Cured meats and cured meat products processing. In: *The Science of Meat and Meat Products*, Price J.F. et Schweigert B.S. (eds.), Food et Nutrition Press, Westport, Connecticut, USA, pp 431-456.
- Trelea I.C., Raoult-Wack A.L. et Trystram G., 1997. Application of neural network modelling for the control of dewatering and impregnation soaking process («osmotic dehydration»). *Proposé à Lebensm.-Wiss.-u. Technol.*
- Turhan M., 1996. Modelling of salt transfer in white cheese during short initial brining. *Neth. Milk Dairy J.*, **50** (4) : 541-550.

Uechi H., Tsutsumi O. et Taketani Y., 1997. Cryopreservation of mouse embryos affects later embryonic development possibly through reduced expression of the glucose transporter GLUT1. *Mol. Reprod. Dev.*, **48** (4) : 496-500.

Ueno Y., Ikeuchi Y. et Suzuki A., 1999. Effects of high pressure treatments on intramuscular connective tissue. *Meat Sci.*, **52** (2) : 143-150.

USDA. (Page consultée le 3 mars 1997). *USDA Nutrient Database for Standard References*. [En ligne]. <http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/Data/index.html>.

Uziel A. et Smadja J.G., 1985. Exploration fonctionnelle et troubles du goût. In: *Encyclopédie Médico-Chirurgicale*, ORL, Paris, **20490**, D10, 10: 1-14.

Valdez-Fragoso A., 1998. Etudes du recyclage des solutions concentrées de DII. Application au cas du traitement des pommes dans une solution de saccharose. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires.

Vareltzis K., Soutos N., Koidis P., Ambrosiadis J. et Genigeorgis C., 1997. Antimicrobial effects of sodium tripolyphosphate against bacteria attached to the surface of chicken carcasses. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, **30** (7): 665-669.

Varnam A.H. et Sutherland J.P., 1995. *Meat and meat products*. Chapman & Hall, London.

Velinov P.D., Zhikov M.V. et Cassens R.G., 1990. The effect of tumbling, sodium chloride and polyphosphates on the microstructure and appearance of whole-muscle processed meats. *Food Struct.*, **9** (2): 91-95.

- Veerkamp C.H., 1989. Chilling, freezing and thawing. In: *Processing of Poultry*, Mead G.C. (ed.), Elsevier Science, London, 103-125.
- Vial C., Guilbert S. et Cuq J.L., 1990. Osmotic dehydration of kiwi-fruits: influence of process variables on the color and ascorbic acid content. *Sci. Alim.*, **11**, 63-84.
- Viard M. et Deveau J., 1972. Chemical purification and microbiological sterilization by heat treatment of brine in the food industry, particularly in the cheese industry. *Lait*, **52**, 21-27.
- Voskresensky N.A., 1965. Salting of herring. In: *Fish as food*, vol. 3., ed. G. Borgstrom, Academic Press, New York, 107-131.
- Wagstaff P., Kang H.Y., Mylott D., Robbins P.J. et White M.K., 1995. Characterization of the avian GLUT1 glucose transporter : differential regulation of GLUT1 and GLUT3 in chicken embryo fibroblast. *Mol. Biol. Cell*, **6** (11) : 1575-1589.
- Walters B.S., Lourigan M.M., Racek S.R., Schwartz J.A. et Maurer A.J., 1992. The fabrication of turkey bacon. *Poult. Sci.*, **71** (2), 383-387.
- Wasserman A.E. et Talley F., 1972. The effect of sodium nitrite on the flavor of frankfurters. *J. Food Sci.*, **37** (4): 536-538.
- Welsh F.W. et Zall R.R., 1979. Fish scales : a coagulating aid for the recovery of food processing wastewater colloids. *Process Biochem.*, **14** (8), 23-27.
- Welsh F.W. et Zall R.R., 1983. Use of a model scale system for recycling spent fishery brine. *J. Food Protect.*, **46** (12), 1026-1031.
- Welsh F.W. et Zall R.R., 1984. An ultrafiltration activated carbon treatment system for renovating fishery refrigeration brines. *Can. Inst. Food Sci. Technol. J.*, **17** (2), 92-96.
- Wesley R.L., Marion W.W. et Sebranek J.G., 1982. Effect of sodium nitrite concentration, sodium erythorbate and storage time on the quality of franks manufactured from mechanically deboned turkey. *J. Food Sci.*, **47** (5), 1626-1630, 1653.
- Wills R.B.H. et Sirivatanapa S., 1988. Evaluation of postharvest infiltration of calcium to delay the ripening of avocados. *Austral. J. Experimental Agric.*, **28** (6): 801-804.
- Wisniewski G.D. et Maurer A.J., 1979. A comparison of five cure procedures for smoked turkeys. *J. Food Sci.*, **44** (1), 130-133.
- Wistreich H.E., Morse R.E., Kenyon L.J., 1959. Curing ham : a study of sodium chloride accumulation. 1-Methods, effects of cations, muscles, temperature, and solution concentration. *Food Technol.*, **13**: 441-455.
- Wong M.K., Sampugna J. et Dickey L.E., 1993. Moisture, total lipid, fatty acids and cholesterol in raw ground turkey. *J. Agric. Food Chem.*, **41** (8), 1229-1231.
- Wood F.W., 1966. The diffusion of salt in pork muscle and fat tissue. *J. Sci. Food Agric.*, **17** : 138-140.
- Wootton M. et Chuah S.H., 1981. The use of sea mullet (*Mugil cephalus*) in the production of cold marinades. *Food Technol. Austral.*, **33** (8): 392-398.
- Xiong Y.L., Cantor A.H., Pescatore A.J., Blanchard S.P. et Straw M.L., 1993. Variation in muscle chemical composition, pH and protein extractability among different broiler crosses. *Poult. Sci.*, **72** (3), 583-588.
- Yao Z. et Le Maguer M., 1996. Osmotic dehydration: an analysis of fluxes and shrinkage in cellular structure. *Trans. ASAE*, **39** (6) : 2211-2216.
- Yongchang Z., 1989. Preservation of the nan-an pressed salted ducks. In: *International Congress of Meat Science and Technology*, Copenhagen (Denmark), 20-25 August 1989, Vol. 2, 507-510.

- Zalacain I., Zapelena M.J., Paz De Pena M., Astiasaran I. et Bello J., 1997. Application of lipozyme 10,000 L (from *Rhizomucor miehei*) in dry fermented sausage technology : study in a pilot plant and at the industrial level. *J. Agric. Food. Chem.*, **45** (5), 1972-1976.
- Zapelena M.J., Zalacain I., Paz De Pena M., Astiasaran I. et Bello J., 1997. Addition of a neutral proteinase from *Bacillus subtilis* (neutrased) together with a starter to a dry fermented sausage elaboration and its effect on the amino acid profiles and the flavor development. *J. Agric. Food Chem.*, **45** (2), 472-475.
- Zapelena M.J., Ansorena D., Zalacain I., Astiasaran I. et Bello J., 1998. Dry fermented sausages manufactured with different amounts of commercial proteinases : evolution of total free α -NH₂-N groups and sensory evaluation of the texture. *Meat Sci.*, **49** (2), 213-221.
- Zimmerman P.A., Bissel H.M. et McIntosh G.S., 1998. *Method of processing salmonoid fish*. Brevet américain n° 5 846 594.
- Zugarramurdi A. et Lupin H.M., 1980. A model to explain observed behavior on fish salting. *J. Food Sci.*, **45** (5), 1305-1311.

ANNEXES

RECEIVED
JAN 10 1901

REPORT OF THE
SPECIAL AGENT IN CHARGE
OF THE BUREAU OF
THE INSULAR AFFAIRS

WILLIAM H. HARRIS

U. S. DEPT. OF THE INTERIOR



Annexe 1. Synthèse des principaux résultats de la littérature en IVP

Produit	Dimensions	Porosité	Concentration de la solution (% (p/p))	Durée	Température (° C)	P _{mini} (kPa)	Cycle	Effet du vide sur les transferts de matière	Référence
<i>Produits végétaux</i>									
Pomme	entière Ø 7.62 cm	?	Ac. asc. 0.05-2 SO ₂ 0.01-0.05 CaCl ₂ 0.1-0.5	3-5'	?	?	?		
Pomme	entier	?	CaCl ₂ 0-8	4'	?	33.3	1 pulsation v2'-a2'		Conway et Sams (1983)
Pomme	?	18	?	15'-10h	40	7-11	Pulsation	PE IVP>Atm GS IVP>ATM	Fito <i>et al.</i> (1995)
Pomme	cylindre h=2 cm Ø 2 cm	23	Pectine 3	30'	20	5	1 pulsation (v5'-a25')	Amélioration structurale (effet cryo-protecteur)	Martinez-Monzo <i>et al.</i> (1998)
Pomme	cylindre h=2 cm Ø 2 cm	30	Saccharose 55		30	1	pulsations (v5'-a25')		Barat <i>et al.</i> (1998-a)
Pomme	?	21	Saccharose 65	10 h	50-60	?	?	GS + 10 % PE + 5 %	Fito (1994)
Abricot	cube 1.5cm	5-6	Saccharose 65	15'-4h	40	10	1-8 pulsations (v5'-a25')	PE + 20-25 % GS nul	Shi <i>et al.</i> (1995)
Abricot	cube ?	5-6	Saccharose 65	15'-4h	30-50	10	1-8 pulsations (v5'-a25')	PE +20 % GS nul	Shi et Fito (1993)
Abricot	?	5	Saccharose 65	10 h	35-40	7	1 pulsation v5'-a	GS + 15 % PE + 10 %	Fito (1994)
Abricot	2x4x1 cm ³	?	Saccharose 65	4 h	40	10	continu pulsation	GS nul PE + 31 % GS nul PE +14 %	Shi et Fito (1994)
Abricot	demi fruit	?	CaCl ₂ , MgCl ₂ , KCl	1 h	?	75	continu	Entrée de calcium Amélioration de la texture	French <i>et al.</i> (1989)
Ananas	cube 1.5cm	8-9	Saccharose 65	15'-4h	40	10	1-8 pulsations (v5'-a25')	PE + 22-24 % GS nul	Shi <i>et al.</i> (1995)
Ananas	cube ?	7-8	Saccharose 65	15'-4h	30-50	10	1-8 pulsations (v5'-a25')	PE +22 % GS nul	Shi et Fito (1993)
Ananas	rondelle e=7.5mm	?	Saccharose 65						
Fraise	cube 1.5cm	2-3	Saccharose 65	15'-4h	40	10	1-8 pulsations (v5'-a25')	PE + 12-15 % GS nul	Shi <i>et al.</i> (1995)
Fraise	demi fruit	?	Saccharose 80	90-120'	35-40	10	continu	basse t°C donc fruit moins détérioré	Shi <i>et al.</i> (1996)
Noix de coco	cylindre h=0.8 cm Ø 3.5 cm	?	Saccharose 40-65	1-9 h	50	23.5	continu	PE + 1-10 %	Rastogi et Raghavarao (1996)
Avocat									
Pêche	demi fruit	?	Pectinéméthylestérase CaCl ₂	30'-2h	?	85	continu	Pénétration des solutés Amélioration de la texture	Javeri <i>et al.</i> (1991)

(Suite du tableau de la page précédente)

Produit	Dimensions	Porosité	Concentration de la solution (% (p/p))	Durée	Température (° C)	P _{initial} (kPa)	Cycle	Effet du vide sur les transferts de matière	Référence
<i>Produits laitiers</i>									
Fromage	cylindre h=10 cm Ø 20 cm	?	NaCl 24	4 h	10	3.7	1 pulsation (v2h-a2h)	4h(IVP)=24h(Atm)	Andres <i>et al.</i> (1997)
Fromage	cylindre h=10 cm Ø 3.2 cm	5	NaCl 23.7	2 h-8h	10	3.7	1 ou 2 pulsations (v1h-a1h ; v2h-a2h ; v1h-a3h)	$\nabla(\text{NaCl})_{\text{int-ext}}$ inférieur en IVP/Atm	Chiralt et Fito (1997)
<i>Produits carnés</i>									
Jambon	7.8-10.9 kg	?	Traitement à sec malaxage sous vide	1h30 + 40 j de contact	10	5	2 pulsations (v30'-a30'-v30'-a)	n/a	Marriott <i>et al.</i> (1987)
Jambon	muscle de 2 kg	?	Traitement à sec En sac sous vide	14 jours	3	10	continu	GS + 5.8 % Homogénéité :SV>Atm	Solignat (1995)
Jambon	pièce entière	?	NaCl 24	5 jours	3	5	non précisé	temps de salage : - 36 % salage plus profond	Barat <i>et al.</i> (1998-b)
Poulet	Muscles	?	NaCl 4.5	15'	?	5	continu	GS + 65 % PE -17 % Amélioration texture	Gasbarro (1975)

' = minutes

Annexe 2. Matrice des valeurs codées et expérimentales du plan d'expérience de DII

Essai	C_{st} Valeur codée	C_{st} (g/kg) Valeur réelle	$\text{Log}_{10}(t)$ Valeur codée	t (h) Valeur réelle	$\sqrt{C_{su}}$ Valeur codée	C_{su} (g/kg) Valeur réelle
<i>Points du réseau de Doelhart</i>						
1	1	350	0	4h55	0	475
2	-1	0	0	4h55	0	475
3	0,5	262,5	0	4h55	0,866	1654
4	-0,50	87,5	0	4h55	-0,866	9
5	0,5	262,5	0	4h55	-0,866	9
6	-0,5	87,5	0	4h55	0,866	1654
7	0,5	262,5	0,816	17h56	0,289	789
8	-0,5	87,5	-0,816	1h20	-0,289	240
9	0,5	262,5	-0,816	1h20	-0,289	240
10	0	175	-0,816	1h20	0,577	1181
11	-0,5	87,5	0,816	17h56	0,289	789
12	0	175	0,816	17h56	-0,577	85
13	0	175	0	4h55	0	475
14	0	175	0	4h55	0	475
15	0	175	0	4h55	0	475
<i>Sommets</i>						
16	1	350	1	24h	1	1900
17	1	350	1	24h	-1	0
18	1	350	-1	1h	1	1900
19	1	350	-1	1h	-1	0
20	-1	0	1	24h	1	1900
21	-1	0	1	24h	-1	0
22	-1	0	-1	1h	1	1900
23	-1	0	-1	1h	-1	0

Annexe 3. Application du modèle linéaire généralisé à l'estimation des coefficients du plan d'expérience et au calcul d'intervalles de prédictions

On mesure sur n individus (ici $n=23$) $p + 1$ (ici $p=9$) variables. Ces variables sont y la réponse (ici PE, GSt etc...) et x_1, x_2 et x_3 les variables explicatives (ici C_{st} , $\log_{10}(t)$ et $\sqrt{C_{su}}$) linéaires, x_1x_1, x_2x_2 et x_3x_3 les variables quadratiques et x_1x_2, x_1x_3 et x_2x_3 les variables d'interaction.

$$\text{Soit } X = \begin{bmatrix} 1 & x_{11} & \dots & x_{1p} \\ 1 & x_{21} & \dots & x_{2p} \\ \vdots & \vdots & & \vdots \\ 1 & x_{n1} & \dots & x_{np} \end{bmatrix}, Y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix}, a = \begin{bmatrix} \alpha_0 \\ \alpha_1 \\ \vdots \\ \alpha_n \end{bmatrix}, u = \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \\ \vdots \\ u_n \end{bmatrix}, X_0 = \begin{bmatrix} 1 \\ x_{01} \\ x_{02} \\ \vdots \\ x_{0n} \end{bmatrix}$$

Où X , Y , a et u sont respectivement la matrice de l'expérience, le vecteur des réponses, le vecteur des coefficients de régression et le vecteur des résidus.

On peut écrire :

$$Y = Xa + u$$

$$\hat{a} = (X'X)^{-1} X'Y$$

La variance commune à toutes les perturbations u_i peut se calculer :

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{\|Y - Y^*\|^2}{n - p - 1}$$

L'estimation de la valeur supplémentaire Y_0^* à partir du point X_0 vaut :

$$Y_0^* = X_0' \hat{a}$$

Comme Y_0^* suit une loi normale $N(X_0' \hat{a}, \sigma \sqrt{1 + X_0' (X'X)^{-1} X_0})$, la variable

$\frac{|Y_0 - Y_0^*|}{\hat{\sigma} \sqrt{1 + X_0' (X'X)^{-1} X_0}}$ suit une loi de Student T_{n-p-1} , ce qui permet d'estimer l'intervalle de confiance de Y_0 .

Annexe 4. Masses volumiques expérimentales des solutions eau-NaCl-DE21

Température(°C)	Molalité en NaCl (mol/l)	Molalité en DE21 (mol/l)	Masse volumique (kg/m ³)
25	0,35	0,00	1010,00
25	0,71	0,00	1024,26
25	1,09	0,00	1038,31
25	1,49	0,00	1053,05
25	1,90	0,00	1067,71
25	2,33	0,00	1082,55
25	2,79	0,00	1097,61
25	3,26	0,00	1112,88
25	3,76	0,00	1128,40
25	4,28	0,00	1144,17
25	4,83	0,00	1160,22
25	5,40	0,00	1176,57
25	6,01	0,00	1193,22
10	0,00	0,32	1103,62
10	0,00	0,64	1176,92
10	0,00	0,95	1232,12
10	0,00	1,27	1260,18
10	0,00	1,59	1291,17
10	0,00	1,91	1315,50
25	0,00	0,00	997,07
25	0,00	0,32	1098,20
25	0,00	0,64	1160,06
25	0,00	0,95	1215,09
25	0,00	1,27	1252,45
25	0,00	1,59	1284,03
25	0,00	1,91	1310,72
10	1,50	0,12	1096,49
10	1,50	1,78	1343,60
10	3,00	1,51	1341,22
10	4,50	0,12	1185,39
10	5,57	1,49	1372,51
10	6,00	1,91	1402,99
10	0,60	1,49	1306,49
10	1,50	1,24	1294,51
10	3,00	0,90	1288,62
10	4,50	1,24	1340,94
10	4,50	1,78	1378,32
10	6,00	0,95	1335,54
10	0,60	0,40	1141,53
10	5,57	0,40	1262,67
10	1,50	0,67	1218,05
10	3,00	0,40	1205,62
10	4,50	0,67	1279,96
25	1,50	0,12	1091,21
25	1,50	1,78	1335,45
25	3,00	1,51	1333,62
25	4,50	0,12	1177,89
25	5,57	1,49	1364,44
25	6,00	1,91	1393,68
25	0,60	1,49	1299,00
25	1,50	1,24	1287,02
25	3,00	0,90	1280,73
25	4,50	1,24	1332,37
25	4,50	1,78	1369,33
25	6,00	0,95	1328,17
25	0,60	0,40	1136,02
25	5,57	0,40	1254,53
25	1,50	0,67	1210,41
25	3,00	0,40	1198,29
25	4,50	0,67	1272,12

Annexe 5. Viscosités relatives expérimentales des solutions eau-NaCl-DE21

Température (°C)	Molalité en NaCl (mol/l)	Molalité en DE21 (mol/l)	Viscosité dynamique η (mPa.s)	η/η_0	Log (η/η_0)
10	0,00	0,00	1,30	1,00	0,00
10	0,00	0,32	8,96	6,89	0,84
10	0,00	0,64	37,84	29,11	1,46
10	0,00	0,95	165,56	127,35	2,11
10	0,00	1,27	660,00	507,69	2,71
10	0,00	1,59	2400,67	1846,67	3,27
10	0,00	1,91	8622,39	6632,61	3,82
25	0,00	0,00	0,89	1,00	0,00
25	0,00	0,32	5,40	6,07	0,78
25	0,00	0,64	20,75	23,31	1,37
25	0,00	0,95	71,46	80,29	1,90
25	0,00	1,27	245,61	275,97	2,44
25	0,00	1,59	701,00	787,64	2,90
25	0,00	1,91	2089,00	2347,19	3,37
10	1,50	0,12	3,00	2,31	0,36
10	1,50	1,78	6580,33	5061,79	3,70
10	3,00	1,51	2644,33	2034,10	3,31
10	4,50	0,12	4,67	3,59	0,56
10	5,57	1,49	3625,00	2788,46	3,45
10	6,00	1,91	24645,33	18957,95	4,28
10	0,60	1,49	1819,00	1399,23	3,15
10	1,50	1,24	691,67	532,05	2,73
10	3,00	0,90	225,00	173,08	2,24
10	4,50	1,24	1003,33	771,79	2,89
10	4,50	1,78	9688,00	7452,31	3,87
10	6,00	0,95	346,00	266,15	2,43
10	0,60	0,40	12,91	9,93	1,00
10	5,57	0,40	21,77	16,75	1,22
10	1,50	0,67	51,68	39,75	1,60
10	3,00	0,40	16,41	12,62	1,10
10	4,50	0,67	72,29	55,61	1,75
25	1,50	0,12	1,95	2,19	0,34
25	1,50	1,78	1667,92	1874,07	3,27
25	3,00	1,51	768,18	863,12	2,94
25	4,50	0,12	2,70	3,03	0,48
25	5,57	1,49	998,36	1121,75	3,05
25	6,00	1,91	5410,89	6079,65	3,78
25	0,60	1,49	554,13	622,62	2,79
25	1,50	1,24	247,45	278,03	2,44
25	3,00	0,90	98,32	110,47	2,04
25	4,50	1,24	345,91	388,66	2,59
25	4,50	1,78	2382,55	2677,02	3,43
25	6,00	0,95	138,12	155,19	2,19
25	0,60	0,40	8,00	8,99	0,95
25	5,57	0,40	12,88	14,47	1,16
25	1,50	0,67	26,40	29,66	1,47
25	3,00	0,40	10,03	11,27	1,05
25	4,50	0,67	36,50	41,01	1,61

Annexe 6. Activités de l'eau expérimentales des solutions eau-NaCl-DE21

Température(°C)	Molalité en NaCl (mol/l)	Molalité en DE21 (mol/l)	Activité en eau
25	0	0	0.999
25	0	0.32	0.988
25	0	0.64	0.979
25	0	0.95	0.970
25	0	1.27	0.962
25	0	1.59	0.943
25	0	1.91	0.927
25	1.5	0.12	0.939
25	1.5	1.78	0.887
25	3	1.51	0.955
25	4.5	0.12	0.826
25	5.57	1.49	0.775
25	6	1.91	0.773
25	0.6	1.49	0.935
25	1.5	1.24	0.917
25	3	0.9	0.876
25	4.5	1.24	0.815
25	4.5	1.78	0.819
25	6	0.95	0.764
25	0.6	0.4	0.967
25	5.57	0.4	0.784
25	1.5	0.67	0.953
25	3	0.4	0.884
25	4.5	0.67	0.822
25	0	0	1.000
25	0.1	0	0.997
25	0.2	0	0.993
25	0.3	0	0.990
25	0.4	0	0.987
25	0.5	0	0.984
25	0.6	0	0.980
25	0.7	0	0.977
25	0.8	0	0.974
25	0.9	0	0.970
25	1	0	0.967
25	1.2	0	0.960
25	1.4	0	0.953
25	1.6	0	0.946
25	1.8	0	0.939
25	2	0	0.932
25	2.2	0	0.924
25	2.4	0	0.917
25	2.6	0	0.909
25	2.8	0	0.901
25	3	0	0.893
25	3.2	0	0.885
25	3.4	0	0.877
25	3.6	0	0.869
25	3.8	0	0.860
25	4	0	0.852
25	4.2	0	0.843
25	4.4	0	0.834
25	4.6	0	0.825
25	4.8	0	0.816
25	5	0	0.807
25	5.2	0	0.798
25	5.4	0	0.788
25	5.6	0	0.779
25	5.8	0	0.769
25	6	0	0.760

Annexe 7. Résultats du plan d'expériences

Points expérimentaux				Transferts de matière (kg/100 kg m.i.)									
Points	C _{st} (g/kg)	C _{su} (g/kg)	t (h:min)	ΔM	PE	GSt	GSu	GG1	GG2	GG3	GG4	GG5	GG6
<i>Points du réseau de Doehlert</i>													
1	350	475	4:55	-11,22	23,52	6,12	1,04	0,43	0,14	0,21	0,11	0,09	0,06
2	0	475	4:55	-5,68	12,86	-0,01	2,52	0,69	0,32	0,42	0,49	0,33	0,26
3	263	1654	4:55	-14,05	24,42	3,36	2,94	0,66	0,69	0,80	0,34	0,27	0,19
4	88	9	4:55	27,67	-18,25	6,70	0,25	0,23	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
5	263	9	4:55	17,62	-6,15	12,56	0,23	0,20	0,01	0,02	0,00	0,00	0,00
6	88	1654	4:55	-9,55	20,24	1,30	2,58	0,71	0,41	0,61	0,37	0,28	0,21
7	263	789	17:56	-19,82	30,97	6,48	2,07	0,52	0,35	0,50	0,30	0,24	0,16
8	88	240	1:20	3,45	5,25	2,23	1,00	0,43	0,15	0,21	0,10	0,07	0,05
9	263	240	1:20	-2,17	9,05	4,09	0,70	0,51	0,10	0,07	0,01	0,01	0,01
10	175	1181	1:20	-7,73	14,40	2,06	1,61	0,61	0,25	0,38	0,17	0,12	0,08
11	88	789	17:56	-9,74	25,61	3,28	4,20	0,75	0,78	1,10	0,65	0,51	0,40
12	175	85	17:56	15,79	-4,82	11,57	0,94	0,40	0,13	0,18	0,10	0,08	0,06
13	175	475	4:55	-1,46	12,48	5,19	2,24	0,48	0,38	0,57	0,34	0,26	0,21
14	175	475	4:55	-5,65	14,78	4,16	1,30	0,42	0,21	0,30	0,16	0,12	0,09
15	175	475	4:55	-3,30	12,08	4,32	1,57	0,55	0,24	0,35	0,21	0,15	0,11
<i>Sommets du cube</i>													
16	350	0	1:00	7,56	2,03	11,32	0,02	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
17	350	0	24:00	-3,10	18,08	17,12	0,02	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18	0	0	1:00	0,39	0,05	-0,02	0,03	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
19	0	0	24:00	-0,37	-4,09	-0,06	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
20	0	1900	1:00	-2,15	7,89	-0,02	2,39	0,99	0,38	0,47	0,27	0,16	0,12
21	0	1900	24:00	-21,27	33,47	-0,05	5,08	0,85	0,94	1,21	0,95	0,62	0,50
22	350	1900	1:00	-4,35	11,33	2,14	1,62	0,63	0,28	0,33	0,18	0,12	0,09
23	350	1900	24:00	-26,63	40,55	5,52	4,08	0,41	0,80	1,06	0,68	0,60	0,54

Annexe 8. Application technique - Méthode de réajustement

Soit une solution de DII usagée. Soit M (kg) la masse de solution, V (m³) son volume, ρ (kg/m³) sa masse volumique, Mst (kg) la masse de sel dans la solution, Msu (kg) la masse de sirop de glucose (DE21) dans la solution et Mw (kg) la masse d'eau dans la solution.

On dispose d'un modèle permettant d'exprimer la masse volumique d'une solution ternaire eau-NaCl-DE21 en fonction des molalités en sel (m_1) et en sirop (m_2), selon l'équation :

$$\rho = \frac{1 + 0,05844m_1 + 1,007m_2}{V}$$

$$V = \frac{1}{\rho_{H_2O}} + a_1m_1 + a_2m_2 + a_{11}m_1^2 + a_{22}m_2^2 + a_{12}m_1m_2 \quad (0)$$

Avec ρ_{H_2O} la masse volumique de l'eau à la température de travail.
 a_i et a_{ii} les paramètres du modèle

Après DII, l'opérateur effectue une mesure de masse volumique (ρ en kg/m³), de teneur en sel (St en kg de NaCl/kg de solution) et de volume (V en m³) sur la solution. A partir de ces données, on peut écrire le système suivant :

$$Mst + Msu + Mw = \rho V \quad (1)$$

$$Mst = \rho V St \quad (2)$$

$$\rho = f(Mst, Msu, Mw) \quad (3)$$

En injectant (1) et (2) dans (3), on aboutit à une équation du second degré en Mw :

$$AMw^2 + BMw + C = 0$$

Avec

$$A = \frac{1}{\rho_{H_2O}} - a'_2 + a'_{22}$$

$$B = \rho V [a'_1 St + a'_2 (1 - St) - 2a'_{22} (1 - St) - a'_{12} St] - V$$

$$C = \rho^2 V^2 [a'_{11} St^2 + a'_{22} (1 - St) + a'_{12} St(1 - St)]$$

Où

$$a'_1 = \frac{a_1}{0,05844}$$

$$a'_2 = \frac{a_2}{1,007}$$

$$a'_{11} = \frac{a_{11}}{0,05844^2}$$

$$a'_{22} = \frac{a_{22}}{1,007^2}$$

$$a'_{12} = \frac{a_{12}}{0,05844 \times 1,007}$$

Avec a_1 , a_{11} , a_2 , a_{22} , a_{12} les paramètres du modèle (0)

La résolution de cette équation permet de déterminer M_w , la masse d'eau dans la solution. M_{st} étant déterminée directement par (2), il suffit d'injecter les valeurs de M_w et de M_{st} dans (1) pour obtenir M_{su} .

Ainsi, à partir de trois mesures simples à réaliser et du modèle de masse volumique, il est possible de déduire la composition exacte d'une solution ternaire. Dès lors, il suffit de calculer les ajouts de solutés nécessaires et/ou la masse d'eau à évaporer pour ramener la solution aux concentrations désirées.

Annexe 9. Détermination du temps nécessaire pour que la solution concentrée présente dans un pore cylindrique atteigne un niveau dilution donné

Annexe 9.1. Aspects théoriques

Considérons un pore cylindrique de rayon a et de longueur l dans la matrice viande (voir illustration ci-dessous). En faisant l'hypothèse que a est négligeable devant l , ce pore peut être assimilé à un cylindre semi-infini. Après une phase de mise sous vide, émettons l'hypothèse que le pore infiltré par la solution concentrée lors de la remise à pression atmosphérique et que le sel diffuse de la solution concentrée (concentration initiale C_1 en g/kg) vers la matrice viande interne, dont la concentration en sel initiale vaut C_0 (g/kg). On néglige les transferts d'eau.

En se plaçant en un point à une distance r du centre du pore, on cherche à déterminer le temps t (s) nécessaire pour obtenir une concentration en sel C (g/kg) en ce point (Crank, 1975) :

$$\frac{C - C_1}{C_0 - C_1} = 1 - \frac{2}{a} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{e^{-D\alpha_n^2 t} J_0(r\alpha_n)}{\alpha_n J_1(a\alpha_n)}$$

Où D est le coefficient de diffusion du sel (m^2/s)¹¹¹ et α_n sont les valeurs propres de l'équation $J_0(r\alpha_n)=0$.

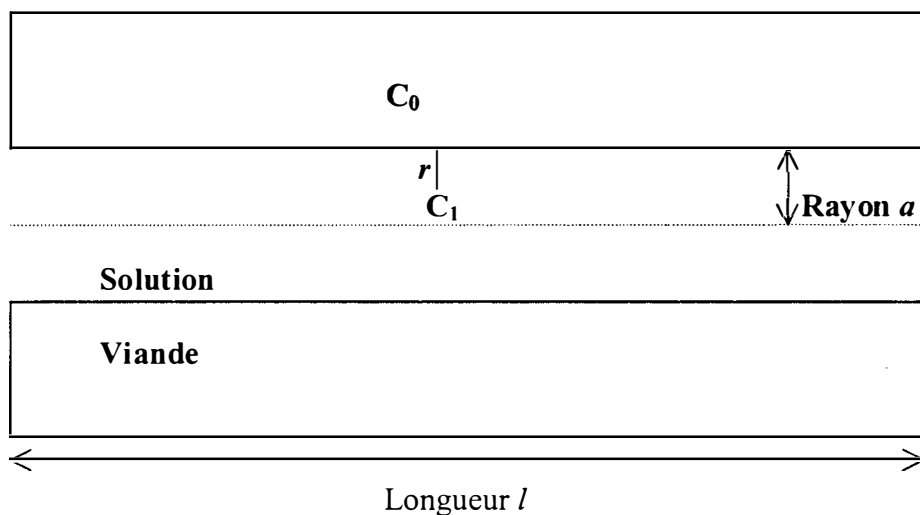


Illustration. Un pore cylindrique semi-infini infiltré de solution

¹¹¹ Nous prendrons par la suite $D = 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$

Annexe 9.2. Application aux données

Le tableau suivant donne t (s) en fonction de a (m) et de C_0 (g/kg), pour différentes valeurs de C (g/kg). Ce temps t (s) est établi au centre géométrique du pore cylindrique ($r=0$) et pour une concentration initiale de la solution $C_1 = 350$ g/kg

Rayon des pores a en (m)	Concentration initiale de la viande C_0 en g/kg	Concentration critiques de la solution dans les pores C en g/kg	Temps (s)
10^{-3}	0	50	450
10^{-3}	0	184	190
10^{-3}	0	270	120
10^{-3}	10	50	460
10^{-3}	10	184	200
10^{-3}	10	270	120
10^{-3}	50	50	-
10^{-3}	50	184	230
10^{-3}	50	270	130
10^{-3}	100	50	-
10^{-3}	100	184	270
10^{-3}	100	270	140
10^{-4}	0	50	5
10^{-4}	0	184	2
10^{-4}	0	270	1
10^{-4}	10	50	5
10^{-4}	10	184	2
10^{-4}	10	270	1
10^{-4}	50	50	-
10^{-4}	50	184	2
10^{-4}	50	270	1
10^{-4}	100	50	-
10^{-4}	100	184	3
10^{-4}	100	270	1

Annexe 10. Action des principaux agents de salaison sur l'activité des enzymes protéolytiques et lipolytiques des muscles

Enzyme	NaCl	NO ₂	NO ₃	Sucres	Phosphates	Acide ascorbique	Aw	pH optimal
Enzymes protéolytiques								
<i>Endopeptidases</i>								
Cathepsine B	-		=	+			-	a
Cathepsine D	-		-	+		-	-	a
Cathepsine H	-		=	=		-	-	N
Cathepsine L	-		=	=			-	a
M-calpaïne	+	=	=	+	-	-	=/-	N
<i>Exopeptidases</i>								
Aminopeptidases A et D	-	=	=	=	-/=	-/=		N
Aminopeptidase B	+	=	=	=	-	-		N
Aminopeptidase C	=	=	=	+	=	-		b
Enzymes lipolytiques								
Lipases neutres	-		=/-	=/-		=/-	-	N
Lipases acides	+		=/-	=/-		=/-		a
Lipases basiques	-		=/-	=/-		=/-	-	b
Estérases acides	+/-		=/-	=/-		=/-	+	a

Légende : (-) effet inhibiteur ; (+) effet activateur ; (=) pas d'effet ; (a) acide ; (b) basique ; (N) neutre

Sources : Toldra et Flores (1998), Rosell et Toldra (1996), Motilva et Toldra (1993), Rico *et al.* (1991), Rico *et al.* (1990), Flores *et al.* (1997)

Annexe 11. Publications relatives aux procédés d'immersion de produits carnés

Antérieures à la thèse

- Deumier F., Zakhia N. & Collignan A., 1996. Formulation of a cured meat product by the dewatering-impregnation soaking (DIS) process: mass transfer study and assessment of product quality. *Meat Sci.*, **44** (4), 293-306.
- Deumier F., Mens F., Hériard-Dubreuil B. & Collignan A., 1997. Control of immersion processes. A novel system for monitoring mass transfers tested with herring brining. *J. Food Eng.*, **32** (3): 293-311.

Pendant la thèse

- Deumier F., Collignan A., Wack A.L., 1997. Meat and seafood processing by osmotic treatment. In: *Osmotic treatments for the food industry*, Proceedings of the 1st Seminar on Osmotic Treatments, EU-FAIR Concerted Action CT96-1118, Porto, Portugal, 22 Octobre 1997, 87-92.
- Deumier F., Bohuon P., Collignan A., 1998. Meat Curing (Beef, Deer, Duck and Turkey) using the Dewatering-Impregnation Soaking (DIS) Process. In: *44th International Congress of Meat Science and Technology*, Barcelona, 30 Août-4 Septembre 1998, Vol. 1, 450-451, Colloque à comité de lecture.
- Deumier F., Bohuon P., Collignan A., 1998. Salaison de viandes (boeuf, daim, canard et dinde) à l'aide du procédé de déshydratation-imprégnation par immersion (DII). In: *7^{èmes} Journées des Sciences du Muscle et Technologie de la Viande*, Rodez, France, 1^{er} et 2 Octobre 1998.
- Deumier P., Bohuon P., 1999. Experimental Study of Mass Transfers during Soaking process of Turkey Meat in Salt-Glucose Syrup Solutions. In: *Improvement of overall food quality by application of osmotic treatments in conventional and new processes*, Proceedings of the Last Seminar on Osmotic Treatments, EU-FAIR Concerted Action CT96-1118, Montpellier, France, 16-17 Septembre 1999.
- Deumier F., Collignan A., Bohuon P., 1999. Experimental study of mass transfers of turkey meat soaked in ternary solutions. A paraître dans ICEF'2000, Colloque à comité de lecture.
- Deumier F., Bohuon P., Trystram G., 1999. Comparison of mass transfers of turkey meat immersed in brine at atmospheric pressure and under partial pulsed vacuum. A paraître dans ICEF'2000, Colloque à comité de lecture.

